



ETUDE DES MOYENS DE LITHOGRAPHIE HAUTE RESOLUTION POUR LA FABRICATION DE RESONATEURS A ONDES ELASTIQUES DE SURFACE: APPLICATION AUX SOURCES EMBARQUEES

Roland Salut

► To cite this version:

Roland Salut. ETUDE DES MOYENS DE LITHOGRAPHIE HAUTE RESOLUTION POUR LA FABRICATION DE RESONATEURS A ONDES ELASTIQUES DE SURFACE: APPLICATION AUX SOURCES EMBARQUEES. Acoustique [physics.class-ph]. Université de Franche-Comté, 2011. Français. NNT: . tel-00699511

HAL Id: tel-00699511

<https://theses.hal.science/tel-00699511>

Submitted on 21 May 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

présentée à

L'UFR DES SCIENCES ET TECHNIQUES
DE L'UNIVERSITE DE FRANCHE COMTE

pour obtenir le

GRADE DE DOCTEUR
DE L'UNIVERSITE DE FRANCHE-COMTE
Spécialité Sciences pour l'Ingénieur

ETUDE DES MOYENS DE LITHOGRAPHIE HAUTE RESOLUTION POUR LA FABRICATION DE RESONATEURS A ONDES ELASTIQUES DE SURFACE : APPLICATION AUX SOURCES EMBARQUEES

par

Roland SALUT

Soutenue le 15 décembre 2011 devant la commission d'examen :

Président	B. DULMET	Professeur, ENSMM, Besançon
Directeur de Thèse	S. BALLANDRAS	Directeur de Recherche CNRS, Institut FEMTO-ST, Besançon
Rapporteurs	O. ELMAZRIA V. PLESSKY	Professeur, Université H. Poincaré, Nancy Professeur, Directeur de GVR Trade SA, Suisse
Examineurs	P. BERGONZO M. FAUCHER V. GIORDANO	Directeur de Recherche CEA, Institut LIST, Gif sur Yvette Chargé de Recherche CNRS, IEMN, Villeneuve d'Ascq Directeur de Recherche CNRS, Institut FEMTO-ST, Besançon

Résumé / Abstract

Résumé :

Le but de ce travail de thèse est d'étudier les moyens de lithographie haute résolution pour la fabrication de résonateurs à ondes élastiques de surface, et de l'illustrer à travers la réalisation de sources de fréquences fonctionnant au-delà du GigaHertz. Dans un premier temps nous abordons les différents dispositifs fondés sur les ondes élastiques de surface puis les sources de fréquence (instabilités caractéristiques) et fixons les objectifs de l'étude au travers notamment d'un état de l'art. Dans un second temps, nous présentons les moyens de lithographie étudiés dans le cadre de ce travail, à savoir la lithographie électronique, la gravure par faisceau d'ions focalisés, la lithographie UV par projection et la lithographie par nano-impression. Pour chacune d'entre elles, nous détaillons le principe de fonctionnement et montrons, notamment grâce à des simulations, leur intérêt et leurs limitations. Ensuite, nous présentons la fabrication et la caractérisation de résonateurs sur différents types de substrats ayant des propriétés innovantes par rapport à nos applications. Le PZT élaboré par épitaxie, présentant des coefficients de couplage élevés (plusieurs pourcents) couplés à une granulométrie fine et une orientation cristalline selon l'axe 001. Le diamant, qui permet d'atteindre des vitesses de phase de l'ordre de 10000 m.s^{-1} , soit une vitesse deux fois supérieure à celles des ondes transverses sur substrat de quartz, quartz que nous avons également étudié afin de rechercher de nouveaux points de fonctionnement à haute fréquence. Pour chaque matériau, nous identifions un ou plusieurs moyen(s) de lithographie qui nous permettent de fabriquer les résonateurs. Les étapes de conception, de fabrication et de caractérisation sont décrites en détail. La dernière partie du manuscrit consiste à exposer les caractéristiques des oscillateurs fondés sur les résonateurs à haut produit Q_f ainsi fabriqués ($Q_f > 5.10^{12}$). Nous reportons les résultats obtenus à des fréquences de 1,5 GHz (sur quartz) et à 3 GHz (sur diamant nanocristallin). Le bruit de phase à 10 kHz de la porteuse est compris entre -100 et -110 dBc.Hz⁻¹, et le bruit plancher est de -160 dBc.Hz⁻¹. Nous concluons en donnant des pistes afin d'améliorer ces caractéristiques.

Abstract :

The purpose of this thesis is to study high-resolution lithography for the fabrication of surface acoustic wave resonators, and to illustrate this technology through the realization of frequency sources operating beyond the Gigahertz. At first, we detail several devices based on surface acoustic waves and frequency sources (instability characteristics) and set the goals of the study in particular through a state of the art. In a second step, we present the lithography methods studied in this work : electron beam lithography, focused ion beam, UV lithography (stepper) and nano-imprint lithography. For each, we detail the operating principle and show, in particular through simulations, their interest and limitations. Then, we present the fabrication and characterization of resonators on different types of substrates with innovative properties compared to our applications. The epitaxial PZT exhibits high coupling coefficients (several percent) coupled with a fine particle size and crystal orientation along the axis 001. The diamond, which achieves phase velocities of about 10000 m.s^{-1} , twice higher than those of STW waves on quartz substrate, quartz that we have also studied in order to search new operating points at high frequency. For each material, we identify one or more lithography methods that allow to manufacture the resonators. Design, fabrication and characterization steps are described in detail. The last part of the manuscript describes the characteristics of oscillators based on high Q_f resonators ($Q_f > 5.10^{12}$). We report the results for operating frequencies of 1.5 GHz (on quartz) and 3 GHz (on nanocrystalline diamond). The phase noise at 10 kHz from the carrier is between -100 and -110 dBc.Hz⁻¹, and the noise floor is -160 dBc.Hz⁻¹. We conclude by giving ideas to improve these characteristics.

Sommaire

Résumé / Abstract.....	i
Sommaire	iii
Glossaire	vii
Introduction générale.....	1
Chapitre 1 - Etat de l'Art, Objectifs de l'Etude.....	5
I - Introduction aux dispositifs à ondes élastiques de surface	6
I - 1 - La piézoélectricité	6
I - 1 - 1 - Historique.....	6
I - 1 - 2 - Les matériaux piézoélectriques.....	7
I - 2 - Les dispositifs à ondes élastiques de surface.....	9
I - 2 - 1 - Lignes à retard.....	10
I - 2 - 2 - Filtres.....	11
I - 2 - 3 - Résonateurs	14
I - 2 - 4 - Capteurs	16
I - 3 - Bilan	17
II - Les Oscillateurs	18
II - 1 - Eléments constitutifs d'un oscillateur	18
II - 2 - Différentes topologies d'oscillateurs	19
II - 2 - 1 - Oscillateur à contre-réaction parallèle	19
II - 2 - 2 - Oscillateur à contre-réaction série	20
II - 3 - Instabilités de fréquence	21
II - 3 - 1 - Définitions.....	21
II - 3 - 2 - Caractérisation des instabilités de fréquence dans le domaine temporel	21
II - 3 - 3 - Caractérisation des instabilités de fréquence dans le domaine fréquentiel	22
II - 4 - Utilisation des résonateurs à OES pour la stabilisation d'oscillateurs	26
II - 5 - Conclusion : application des oscillateurs aux systèmes Radars	27
III - Objectifs de l'étude	28
III - 1 - Contexte	28
III - 2 - Etat de l'art	29
III - 2 - 1 - Etat de l'art, du point de vue du matériau servant de guide d'onde	30
III - 2 - 2 - Etat de l'art, du point de vue des moyens technologiques	33
III - 3 - Objectifs.....	34

Chapitre 2 - La Lithographie Electronique et la Gravure par Faisceau d'Ions Focalisés 37

I - La lithographie électronique	38
I - 1 - La colonne électronique	40
I - 1 - 1 - La source électronique	40
I - 1 - 2 - Les lentilles	41
I - 1 - 3 - Les autres éléments de la colonne	42
I - 1 - 4 - Le détecteur d'électrons secondaires de type Everhart-Thornley	43
I - 1 - 5 - Conclusion	44
I - 2 - Architecture générale	45
I - 2 - 1 - Stratégies d'exposition	45
I - 2 - 2 - Systèmes de coordonnées et calibrage des tailles de champs	47
I - 2 - 3 - Les conditions d'insolation	49
I - 3 - Interaction électrons/matière, effets de proximité	50
I - 4 - Simulation de l'interaction électrons/matière dans le cas de la résine PMMA	53
I - 4 - 1 - Validation du procédé par comparaison théorie/expérience dans le cas d'une couche de PMMA déposée sur substrat de silicium	55
I - 4 - 2 - Simulation dans le cas réel : empilement couche conductrice / PMMA / substrat	58
II - La gravure par faisceau d'ions focalisés	60
II - 1 - La source d'ions LMIS	61
II - 2 - La colonne ionique	64
II - 2 - 1 - Les étages d'extraction et d'accélération	65
II - 2 - 2 - Les lentilles électrostatiques : le condenseur (L3) et l'objectif (L4)	65
II - 2 - 3 - Le diaphragme	67
II - 2 - 4 - L'octopôle (stigmatiseur) et le système de balayage	68
II - 2 - 5 - Conclusion	69
II - 3 - Les interactions ions / solides	69
II - 4 - Simulations de l'interaction entre les ions incidents de Ga^+ et le substrat grâce au logiciel SRIM	73
II - 4 - 1 - Gravure de la couche d'Aluminium sur PZT	74
II - 4 - 2 - Gravure de la couche d'Aluminium sur substrat de LiNbO_3	76
II - 5 - Logiciel Raith Elphy Quantum : fonctionnement et stratégies de gravure	78

Chapitre 3 - La Lithographie UV et la Lithographie par Nano-Impression 81

I - La lithographie UV par projection	82
I - 1 - Principe général de la technologie stepper	83
I - 1 - 1 - La source d'illumination	83
I - 1 - 2 - Le masque ou réticule	83
I - 1 - 3 - L'optique de projection	84

I - 1 - 4 - Les développements récents	84
I - 2 - Le procédé de lithographie	85
I - 2 - 1 - Généralités	85
I - 2 - 2 - Procédé utilisé.....	86
II - La lithographie par nano-impression	88
II - 1 - La fabrication du moule	88
II - 2 - La séparation du moule et de la résine.....	90
II - 3 - La problématique de l'épaisseur résiduelle en nano-impression	90
Chapitre 4 - Fabrication et Caractérisation des Résonateurs.....	93
I - Réalisation de résonateurs sur couches de Titano Zirconate de Plomb (PZT)	94
I - 1 - Méthode de fabrication des résonateurs	94
I - 2 - Résonateur sur substrat de Niobate de Lithium	95
I - 2 - 1 - Conception et fabrication des résonateurs	95
I - 2 - 2 - Caractérisation électrique	95
I - 3 - Résonateur sur substrat de PZT	96
I - 3 - 1 - Croissance du film de PZT	96
I - 3 - 2 - Conception et fabrication des résonateurs	98
I - 3 - 3 - Caractérisation électrique	99
I - 4 - Conclusion.....	101
II - Réalisation de résonateurs sur substrats composites Silicium / Diamant / Couche piézoélectrique ..	102
II - 1 - Conception des résonateurs	102
II - 2 - Fabrication des substrats composites	105
II - 2 - 1 - La couche de diamant nanocristallin	105
i - La technique de BEN-MPCVD	105
ii - Réalisation de films de diamant autosupportés	107
II - 2 - 2 - La couche d'oxyde de zinc (ZnO).....	108
II - 2 - 3 - Conclusion.....	109
II - 3 - Fabrication des résonateurs sur substrats composites	109
II - 3 - 1 - Procédé mis en œuvre	110
II - 3 - 2 - Caractérisation structurelle des résonateurs fabriqués	114
II - 4 - Caractérisation électrique des résonateurs	115
II - 4 - 1 - Résonateurs sur substrat Si/diamant/ZnO	115
II - 4 - 2 - Résonateurs sur substrat diamant autosupporté/ZnO	116
i - Echantillon obtenu par croissance BEN-MPCVD	116
ii - Echantillon obtenu par croissance assistée par nanoseeding	117
II - 5 - Conclusion.....	119
III - Réalisation de résonateurs sur quartz	120
III - 1 - Conception des résonateurs	120

III - 1 - 1 - Dispositifs fondés sur des ondes de Rayleigh	120
III - 1 - 2 - Dispositifs fondés sur des ondes STW	121
III - 2 - Fabrication des résonateurs	123
III - 2 - 1 - Fabrication de résonateurs à 1,5 GHz par lithographie UV par projection	123
III - 2 - 2 - Fabrication de résonateurs dans la bande 2,4 GHz – 3,8 GHz par lithographie électronique	125
III - 3 - Caractérisation électrique des résonateurs	131
III - 3 - 1 - Résonateurs à 1,5 GHz, fabriqués par stepper	131
III - 3 - 2 - Résonateurs à 2,4 GHz et 3,8 GHz fabriqués par lithographie électronique	132
Chapitre 5 - Intégration et Caractérisation des Oscillateurs	137
I - Caractérisation d'oscillateurs à 3 GHz stabilisés par des résonateurs fabriqués sur substrats composites	138
I - 1 - La boucle d'oscillation	138
I - 2 - Mesures de stabilité	139
II - Caractérisation d'oscillateurs à 1,5 GHz et 2,4 GHz stabilisés par des résonateurs fabriqués sur quartz	141
II - 1 - Mise en boîtier	141
II - 1 - 1 - Le ball-bonding	141
II - 1 - 2 - Le flip-chip	143
II - 2 - Caractérisation des oscillateurs à 1,5 GHz et 2,4 GHz	143
II - 2 - 1 - La boucle d'oscillation	143
II - 2 - 2 - Mesure de bruit de phase	146
Conclusion Générale	149
Bibliographie	153

Glossaire

AlN :	Nitruire d'aluminium, matériau piézoélectrique.
AFM :	Atomic Force Microscopy, en français microscopie à force atomique.
BEN-MPCVD :	Bias Enhanced Nucleation MPCVD, en français nucléation assistée par bias
CAO :	Conception Assistée par Ordinateur.
Casino :	Logiciel permettant de simuler la trajectoire des électrons dans un solide.
EBL :	Electron Beam Lithography, en français lithographie par faisceau électronique.
FBMS :	Fixed Beam Moving Stage, méthode d'insolation électronique particulière où le faisceau est fixe tandis que la platine de translation se déplace.
EUV :	Extrême Ultra Violet.
FIB :	Focused Ion Beam, en français faisceau d'ions focalisés.
IBID :	Ion beam Induced Deposition, en français dépôt induit par un faisceau ionique.
IPA :	IsoPropyl Alcohol, en français isopropanol ou propan-2-ol.
Lift-off :	Se traduit en français par « décollage ». Il s'agit d'une technique de lithographie consistant à structurer la résine, à réaliser un dépôt métallique puis à dissoudre la résine dans un solvant pour faire apparaître les motifs.
LiNbO ₃ :	Niobate de lithium, matériau piézoélectrique.
LMIS :	Liquid Metal Ion Source, en français source d'ions à partir de métal liquide.
MEB :	Microscope Electronique à Balayage.
MET :	Microscope Electronique à Transmission.
MIBK :	MethylIsoButylKetone, développeur de la résine PMMA.
MPCVD :	Microwave Plasma assisted Chemical Vapor Deposition, en français dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma micro-onde.
OES :	Ondes Elastiques de Surface.
OEV :	Ondes Elastiques de Volume.
PECVD :	Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition, en français dépôt chimique en phase gazeuse assisté par plasma.
PVD :	Physical Vapor Deposition, en français dépôt physique en phase vapeur.

PMMA :	PolyMethyl MethAcrylate, polymère électrosensible.
PZT :	Titano Zirconate de Plomb, matériau piézoélectrique.
NIL :	Nano Imprint Lithography, en français lithographie par nano-impression.
RF :	Radio Fréquence.
Rugosité RMS :	Rugosité de surface obtenue par la méthode de « Root Mean Square », appelée moyenne quadratique en français.
sccm :	Standard Cubic Centimeters per Minute, unité permettant de mesurer un débit en centimètre cube standard par minute.
SRIM :	Stopping and Range of Ions in Matter, logiciel permettant de simuler la trajectoire d'ions dans un solide.
Stepper :	Système de lithographie UV par projection.
UV :	Ultra Violet.
Verre Sodocalcique :	Appelé également Soda-Lime Glass en anglais, il est composé de silice, de calcium et de sodium, et est transparent à $\lambda = 365$ nm.
ZnO :	Oxyde de zinc, matériau piézoélectrique.

Introduction générale

Depuis des millénaires, l'homme essaie de reproduire les scènes de son quotidien ou de communiquer avec ses semblables comme en témoignent par exemple les fresques tracées au charbon dans la grotte Chauvet et datées de 29000 ans avant J.C., ou encore l'apparition de l'écriture il y a 5300 ans en Egypte. Dès cette époque, les outils, les matières et les formes sont les trois ingrédients pour formaliser une image, un contrat ou une idée, que l'on veut conserver ou diffuser. Des scribes égyptiens qui gravaient la pierre, aux moines copistes médiévaux, jusqu'à l'invention de l'imprimerie vers 1440, le développement de l'humanité et de ses connaissances ont contribué au développement de ces ingrédients et à la diffusion rapide, pour un coût moindre, du savoir. Quarante trois ans avant la photographie, en 1796, la lithographie est inventée par Aloys Senefelder, apportant sans conteste la plus importante révolution graphique qui est encore largement utilisée de nos jours.

La lithographie consiste à utiliser une pierre calcaire, plate et lisse, d'environ 15 cm d'épaisseur, sur laquelle l'artiste dessine à l'aide d'un crayon gras, comme il le ferait sur une feuille de papier. Le « noir » (charbon de bois) du crayon est ensuite effacé pour qu'il ne subsiste que le gras du crayon qui a pénétré le calcaire poreux. La pierre est alors humidifiée au moyen d'une éponge pour que toutes les parties demeurées « blanches », non couvertes par le gras, absorbent l'eau. Il suffit ensuite d'encre la pierre à l'aide d'un rouleau pour que la chimie opère : là où l'eau a pénétré la pierre, l'encre est repoussée, là où le corps gras s'est insinué, l'encre se dépose, faisant ainsi réapparaître le dessin. Une feuille est alors placée sur la pierre et l'ensemble passe sous la presse où la pression exercée permet à l'encre de s'imprimer uniformément sur la feuille. Procédé fort simple comparé à la gravure sur cuivre qui consistait à usiner une plaque de cuivre pour servir de modèle, il se complique un peu lorsque la lithographie requiert plus d'une couleur, car chaque couleur va nécessiter une pierre préparée, dessinée, encrée et passée sous la presse, imposant la mise au point d'un principe de recallage. Cette technique aboutira notamment à l'*offset* (de l'anglais *to set off*, reporter), technique dans laquelle la pierre est remplacée par une plaque cintrable, adaptée à un cylindre. Les parties à imprimer sont reportées par procédé photomécanique sur un polymère (lipophile) alors que les parties qui ne sont pas à imprimer restent en aluminium (hydrophile). C'est toujours l'un des procédés qui produit le plus gros volume d'imprimés (timbres, magazines, journaux, livres...) et possédant une technique d'impression « à plat » (ni relief ni creux sur la forme imprimante), malgré la très forte progression des méthodes d'impression numérique (laser ou jet d'encre).

En 1958, l'américain J. Kilby invente le premier circuit intégré ; ce sera le début d'une autre révolution, également au service du stockage et de la diffusion du savoir : l'informatique. La fabrication des circuits intégrés et autres microprocesseurs entraînera dans son sillon une nouvelle technologie, la micro-photolithographie. Il s'agit de sensibiliser certaines parties d'un polymère photosensible grâce à un faisceau lumineux combiné à l'utilisation d'un masque afin de rendre solubles certaines parties dans une solution appelée développeur. Le polymère, ainsi structuré, peut servir de pochoir lors du dépôt d'un matériau, ou de protection lors d'une gravure. Ces deux types d'étapes, enchaînés plusieurs fois, sont toujours la base de la fabrication des microprocesseurs, même si de nombreuses barrières technologiques sont tombées durant les 60 dernières années. Les moyens de lithographie Ultra Violet (UV) ont connu une croissance exponentielle de leurs limites de résolution pendant ces dernières décennies, conduisant à l'augmentation de la densité d'intégration à un coût économiquement acceptable. Ainsi, 70% des foyers français étaient équipés d'un ordinateur fin 2010. En parallèle, le début des années 50 voit l'invention par l'américain C. Oatley du premier Microscope Electronique à Balayage (MEB) qui permet, sous un vide poussé, de focaliser un faisceau d'électrons sur l'échantillon que l'on veut caractériser. Il ne faudra alors attendre qu'une dizaine d'années pour que les premiers essais de Lithographie Electronique (EBL) aient lieu. Il s'agit en fait d'utiliser le faisceau électronique pour sensibiliser un polymère électrosensible qu'on utilisera, comme le polymère photosensible, pour réaliser une étape technologique. Un peu plus tard, à la fin des années 1970, la manipulation des particules chargées à des fins de lithographie s'étend aux ions lorsque les américains Levi-Sett, Orloff et Swanson créent le premier FIB, un faisceau d'ions focalisés. Alors que les lithographies UV et électronique nécessitaient un transfert via un polymère, cette nouvelle technologie permet de pulvériser directement la matière au point de focalisation. La pulvérisation intervient lorsque l'ion incident transfère suffisamment d'énergie aux atomes de l'extrême surface pour qu'ils soient arrachés. Pour terminer cette revue des procédés de lithographie que nous souhaitons présenter dans ce travail de thèse, citons le travail de S. Chou qui, au milieu des années 90, a l'idée de fabriquer un moule comportant les motifs submicroniques à répliquer puis de le presser sur le substrat préalablement enduit d'une couche de polymère. Ce polymère est un thermoplastique maintenu au-dessus de sa température de ramollissement, permettant ainsi de lui imprimer la forme du moule. Il s'agit de la Lithographie par Nano-Impression (NIL).

La première remarque que l'on peut faire est qu'après de multiples avancées technologiques ayant conduit les procédés lithographiques à des résolutions inférieures à 10 nm, ce travail de thèse va traiter des trois mêmes ingrédients au centre de la transmission de l'information depuis si

longtemps : nous allons ainsi décrire les quatre moyens de lithographie présentés ci-avant en détaillant pour chaque procédé appliqué à la fabrication d'un type de résonateur, l'outil permettant cette fabrication, les matières servant de média, et les formes que l'on souhaite transférer. La deuxième remarque est que les stratégies de réaligement entre deux étapes de lithographie sont toujours cruciales, la fabrication d'un dispositif étant rarement le fruit d'une seule étape technologique.

Le but de ce travail de thèse est d'étudier les moyens de lithographie haute résolution pour la fabrication de résonateurs à Ondes Élastiques de Surface (OES), et de l'illustrer au travers de la réalisation de sources de fréquences supérieures au GigaHertz (GHz) pour des applications concernant principalement la détection radar embarquée.

L'objet du premier chapitre est ainsi d'établir un état de l'art du domaine et de fixer les objectifs de l'étude. Après un bref rappel du phénomène de piézoélectricité découvert par les frères Curie, nous présenterons les différents dispositifs fondés sur les ondes élastiques de surface générées grâce à ce phénomène, et dont les résonateurs font partie. Nous poursuivrons par une présentation des sources de fréquence ainsi que de leurs instabilités caractéristiques et terminerons en fixant les objectifs de l'étude au travers notamment d'un second état de l'art, le but étant d'étudier des matériaux innovants en leur associant une méthode de lithographie dédiée. Le second chapitre concerne les deux types de lithographie qualifiés d'écriture directe, en opposition à ceux présentés dans le chapitre suivant. Il s'agit de la lithographie électronique et de la gravure par faisceau d'ions focalisés qui permettent, par déflexion d'un faisceau de particules chargées sur le substrat, soit d'insoler une résine grâce à des électrons pour la première, soit de pulvériser la matière grâce à des ions pour la seconde. Pour chacune d'entre elles, nous détaillerons le principe de fonctionnement et montrerons, au travers de simulations, leur intérêt et leurs limitations.

Le troisième chapitre est quant à lui consacré à la présentation de la lithographie UV par projection et de la lithographie par nano-impresion. Ces deux méthodes sont dites collectives car elles permettent de reproduire les motifs d'intérêt sur une large surface, typiquement plusieurs centimètres carrés, et de juxtaposer cette reproduction de manière rapide et automatisée sur de grands substrats (par exemple des tranches de matériau de 100 mm de diamètre).

Le quatrième chapitre qui concerne la fabrication et la caractérisation des résonateurs est divisé en trois parties, correspondant aux trois configurations de matériaux étudiées qui sont le PZT, l'empilement silicium/diamant/couche piézoélectrique et le quartz. Pour chaque matériau, nous identifierons un ou plusieurs moyen(s) de lithographie qui nous permettront de fabriquer les

résonateurs dont les étapes de conception seront également brièvement détaillées. Nous terminerons chaque partie en caractérisant les résonateurs ainsi fabriqués.

Enfin, le cinquième chapitre concernera l'intégration et la caractérisation des oscillateurs. Les résonateurs les plus à même de stabiliser un oscillateur seront insérés dans une boucle d'oscillation dont on donnera les caractéristiques. Les oscillateurs seront ensuite caractérisés grâce à la mesure de leur bruit de phase et de leur variance d'Allan. Les résultats seront comparés avec ceux de l'état de l'art. Nous concluons ce manuscrit en proposant plusieurs perspectives de poursuite des travaux présentés et leur extension à d'autres problématiques nécessitant des composants Radio-Fréquence (RF) de haute qualité fonctionnelle.

Chapitre 1 - Etat de l'Art, Objectifs de l'Etude

Introduction

Avant d'entrer dans le vif du sujet, nous allons introduire dans ce chapitre des notions qui seront utilisées tout au long de ce manuscrit. Dans un premier temps, les différents dispositifs basés sur les ondes élastiques de surface, ainsi que les phénomènes physiques sur lesquels ils reposent, seront présentés. Le but étant de montrer notre capacité à travailler à très haute fréquence au travers d'un exemple à base d'oscillateurs, nous introduirons ensuite brièvement les différents types de sources de fréquence ainsi que leurs instabilités caractéristiques. Enfin, nous terminerons avec une présentation des objectifs de cette étude, qui sera articulée autour d'un état de l'art et d'une présentation de l'environnement (partenaires) dans lequel notre travail va s'inscrire.

I - Introduction aux dispositifs à ondes élastiques de surface

I - 1 - La piézoélectricité

I - 1 - 1 - Historique

La piézoélectricité, la pyroélectricité et la ferroélectricité sont des phénomènes connus depuis un peu plus d'un siècle. L'apparition de charges par l'application d'une contrainte mécanique sur un cristal fut observée pour la première fois par l'Abbé R. J. Haüy sur le spath d'Islande : alors appelée électricité de pression, il s'agit en fait de l'effet piézoélectrique direct. Cet effet fut étudié de manière plus rigoureuse par les frères Pierre et Jacques Curie en 1880 [1] sur des cristaux de quartz, de topaze ou encore de sel de Rochelle. En 1881, Lippmann prévoit l'existence de l'effet piézoélectrique inverse, qui est immédiatement observé par les frères Curie [2]. C'est également en 1881 qu'Hermann Hankel suggéra l'utilisation du terme piézoélectricité du grec *πιέζειν* signifiant presser, appuyer.

La première application de cette propriété, proposée par les frères Curie, est encore utilisée aujourd'hui dans les bâtis de dépôt de couches minces : il s'agit de la balance à quartz. La fréquence de vibration d'un cristal est modifiée par l'effet d'inertie d'une masse déposée à sa surface et permet donc de mesurer cette masse directement.

Les premières véritables utilisations de composants piézoélectriques n'eurent lieu qu'à partir de la Première Guerre Mondiale. Paul Langevin mit au point un générateur d'ondes ultrasonores pour la détection sous-marine fondé sur l'emploi du quartz : c'est l'invention du Sonar (fréquence de résonance : 40 kHz). Le principe du Sonar a ensuite été étendu aux ondes électromagnétiques, donnant lieu à l'invention du Radar dans les années 1930. Une exploitation intensive de ce nouveau moyen de détection aura lieu pendant la Deuxième Guerre Mondiale. Pour fournir une source de haute stabilité comme référence, l'oscillateur à quartz s'avère alors la solution la plus efficace et accessible industriellement.

Les céramiques piézoélectriques de synthèse apparaissent dans les années 1940 et permettent un net élargissement des applications de l'effet piézoélectrique, avec des céramiques telles que le titanate de baryum (BaTiO_3) ou les solutions solides de zircono-titanate de plomb (PZT) dont les coefficients piézoélectriques sont de l'ordre de cent fois supérieurs à ceux des matériaux naturels.

Les fréquences de fonctionnement alors atteintes sur ce type de matériau étant limitées par des pertes importantes, de nouveaux matériaux piézoélectriques ont été synthétisés pour pallier à ce problème, entre autres le niobate de lithium LiNbO_3 et le tantalate de lithium LiTaO_3 . Des solutions alternatives ont par ailleurs été testées durant les années 1980 pour répondre aux objectifs de montée en fréquence, fondées sur l'utilisation de couches minces piézoélectriques déposées sur divers substrats, sans pour autant donner lieu à une production notable pour les ondes de surface. Les ondes de volume sur nitrure d'aluminium AlN constituent toutefois une solution viable et exploitée pour les filtres radiofréquences sans néanmoins détrôner les ondes de surface.

Le matériau piézoélectrique le plus utilisé a longtemps été le quartz, sous forme de résonateur, grâce à sa très bonne stabilité en température et dans le temps : l'application la plus connue concerne les horloges et montres. Aujourd'hui, le LiTaO_3 de coupe (YXl)/42°, est abondamment utilisé pour les filtres RF des téléphones portables et représente à ce titre le matériau le plus utilisé pour les composants à ondes élastiques de surface.

I - 1 - 2 - Les matériaux piézoélectriques

L'effet piézoélectrique n'apparaît que pour certains matériaux non-conducteurs ayant une structure cristalline non centro-symétrique. Il existe alors un axe privilégié d'apparition des charges électriques appelé axe de polarisation. Dans de tels matériaux, les charges électriques sont séparées mais symétriquement distribuées dans le cristal au repos. Sous l'effet d'une contrainte ou d'une déformation, l'asymétrie des charges génère une polarisation électrique : il s'agit de l'effet piézoélectrique direct. A l'inverse, lorsqu'un champ électrique est appliqué, une force est créée, qui conduit à une déformation de la maille cristalline ou à une contrainte : il s'agit alors de l'effet piézoélectrique inverse ou effet Lippmann.

Parmi les trente deux classes cristallines existantes, vingt présentent l'effet piézoélectrique (Figure 1-1). Sur ces vingt, dix présentent une polarisation électrique spontanée – ou moment dipolaire permanent – en l'absence de contrainte ou champ extérieur : elles sont dites polaires. Les cristaux appartenant à ces dix classes sont appelés pyroélectriques en raison de la variation de la polarisation spontanée avec la température. Enfin, les cristaux ferroélectriques forment un sous-groupe des cristaux pyroélectriques pour lesquels la direction de la polarisation spontanée peut être réorientée ou même renversée sous l'action d'un champ électrique externe.

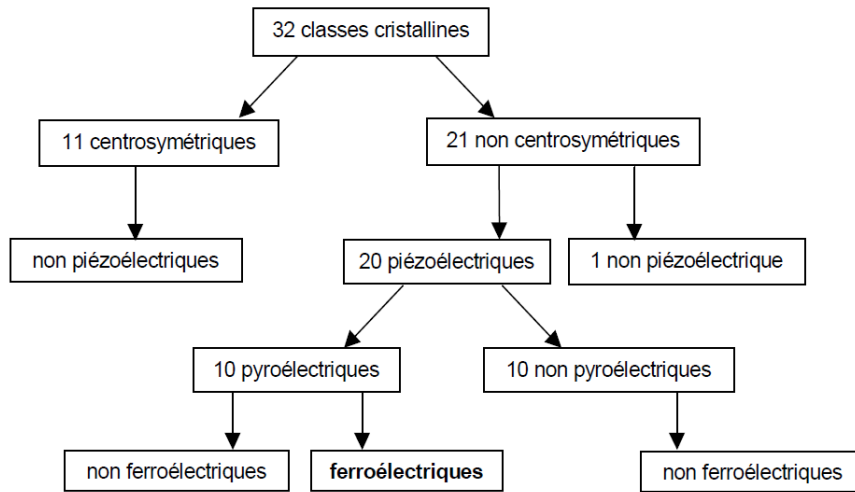


Figure 1-1 - Les différentes classes cristallines.

L'équation suivante permet de modéliser les effets piézoélectriques en corrélant les déplacements électriques et les déformations mécaniques avec les tensions électriques et les contraintes mécaniques :

$$\begin{pmatrix} \text{Déplacement} \\ \text{électrique} \\ \text{Déformations} \\ \text{mécaniques} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} \text{Constantes} \\ \text{électriques} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \text{Couplage} \\ \text{électro - mécanique} \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} \text{Couplage} \\ \text{mécano - électrique} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \text{Constantes} \\ \text{mécaniques} \end{bmatrix} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \text{Tensions} \\ \text{électriques} \\ \text{Contraintes} \\ \text{mécaniques} \end{pmatrix}$$

Pour terminer cette partie consacrée aux matériaux piézoélectriques, nous présentons un exemple typique de substrat utilisé pour les applications à ondes de surface visées dans cette thèse, le quartz α . Le substrat, fabriqué en autoclaves à haute température, se présente sous la forme d'une tranche de matériau (voir Figure 1-2) avec une orientation des axes bien définie. La coupe la plus utilisée pour nos applications, pour des raisons que nous verrons plus loin, est la coupe Y avec des rotations spécifiques autour de l'axe X comprises entre 32° et 42° .

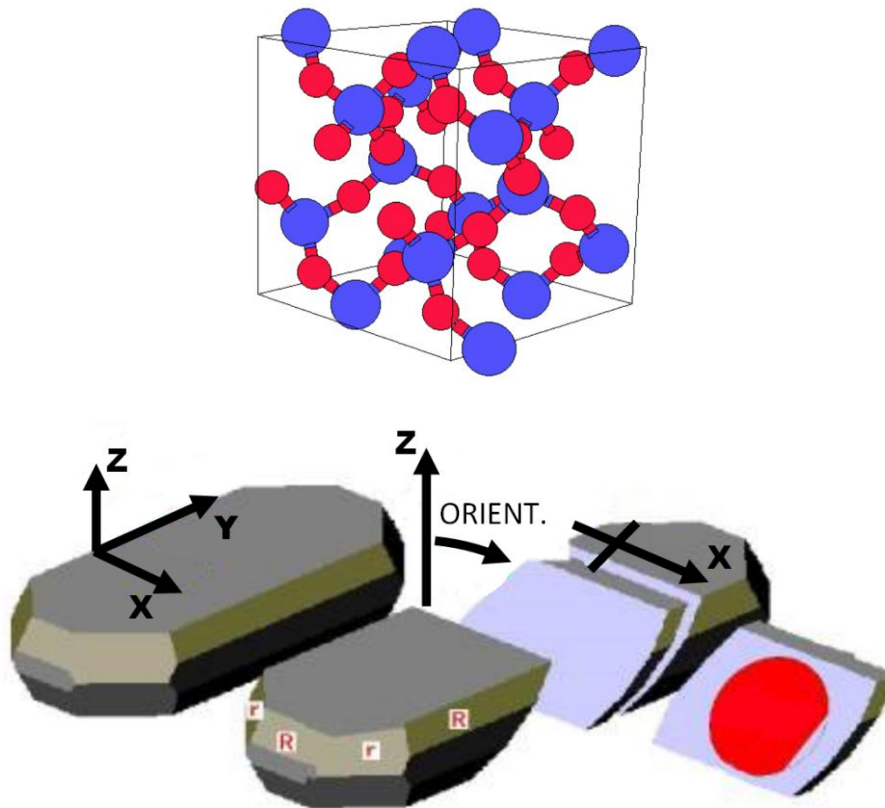


Figure 1-2 – En haut, structure cristalline du quartz alpha (en bleu, les atomes de Silicium, en rouge les atome d'Oxygène). En bas, représentation schématique de la découpe d'un cristal de quartz alpha afin d'obtenir des wafers d'orientation donnée [3].

I - 2 - Les dispositifs à ondes élastiques de surface

Les ondes élastiques utilisées pour les premières applications sont des Ondes Élastiques de Volume (OEV) qui évoluent au cœur du milieu de propagation. Les scientifiques se sont néanmoins intéressés en parallèle aux Ondes Élastiques de Surface (OES), par exemple pour des applications de contrôle non destructif [4]. Jusque dans les années 1960, des techniques de conversion de modes de volume en modes de surface grâce par exemple à des prismes sont utilisées pour la génération d'OES [5].

La rupture technologique intervient en 1965 lorsque White et Voltmer mettent au point le transducteur à peignes inter-digités [6], dans lequel l'effet piézoélectrique inverse est utilisé pour créer des ondes acoustiques, comme le montre la Figure 1-3. Il s'agit d'un réseau d'électrodes métalliques déposées sur un substrat piézoélectrique, et alternativement reliées à deux bus entre lesquels une différence de potentiel électrique est appliquée. La possibilité offerte aux concepteurs d'agir sur le trajet acoustique et sur la géométrie des électrodes, ainsi que la rapide

évolution des techniques de micro-photolithographie, ont fortement contribué à l'essor des dispositifs à OES.

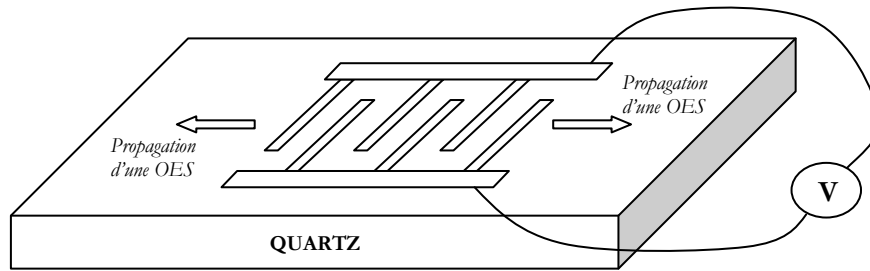


Figure 1-3 - Peignes interdigités à OES.

Le type d'onde généré à la surface du substrat par ce genre de dispositif est connu depuis 1885 par les géophysiciens. En effet, à cette époque, Lord Rayleigh, au cours de ses travaux sur les ondes sismiques, démontre l'existence d'une onde se propageant à la surface d'un solide isotrope [7] : cette onde portera son nom. D'autres géophysiciens donneront par la suite leur nom à des mécanismes propagatifs, comme Love, Lamb, Sezawa ou Stoneley [8]. La Figure 1-4 montre une représentation des déplacements à l'intérieur du matériau pour les deux types d'onde les plus utilisés en technologie OES. Le but de cette partie est d'introduire les différentes applications des technologies à OES principalement liées au traitement analogique des signaux électriques.

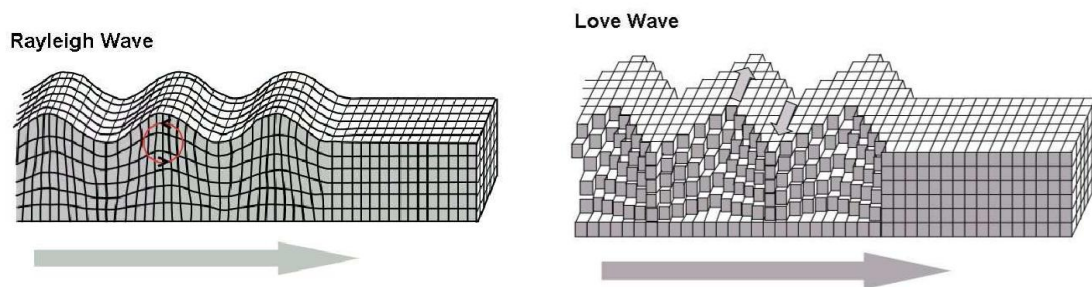


Figure 1-4 - Représentation des déplacements au cours de la propagation d'une onde élastique de surface de type Rayleigh (polarisation elliptique), et de type Love (polarisation transverse).

I - 2 - 1 - Lignes à retard

Dans le traitement des signaux électriques, il est important de savoir retarder un signal. Dans ce domaine, le succès des dispositifs à ondes élastiques de surface ou de volume est indiscutable par rapport aux technologies concurrentes issues de l'électronique classique, notamment en termes de

compacité et d'efficacité (Figure 1-5). Dès leur découverte et pour ces deux raisons, les lignes à retard seront majoritairement à OES. De plus, elles permettent des structures originales : dispositifs à accès électriques multiples, et surtout lignes à retard dispersives. Dans ces dernières, les espaces inter-électrodes sont modulés au sein des transducteurs d'émission/réception, de sorte à exciter des ondes dans une large bande de fréquence.

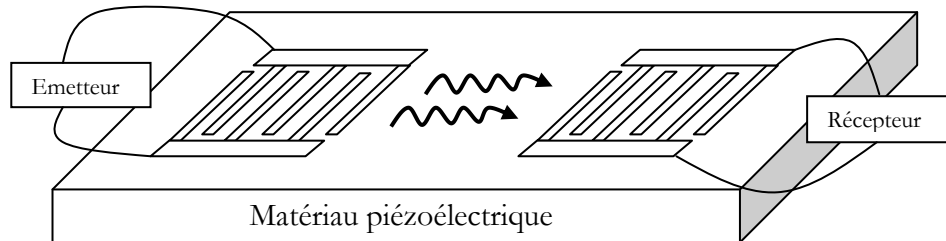


Figure 1-5 - Structure d'une ligne à retard à OES.

Les lignes dispersives ont été notamment largement utilisées pour des applications professionnelles et militaires de compression d'impulsion RADAR [9]. Le quartz et surtout le niobate de lithium sont les matériaux les plus couramment utilisés à cette fin. Les ondes couplées piézoélectriquement sur les coupes standard de ces matériaux sont des ondes de Rayleigh. La ligne à retard est par ailleurs très souvent utilisée comme élément de base pour la conception d'oscillateurs. De façon à compenser les pertes d'insertion et à entretenir l'oscillation, elle y est couplée à un amplificateur. Le système oscille alors à la fréquence de synchronisme du peigne émetteur. Cependant, dès 1970, Ash [10] comprend que pour stabiliser un oscillateur, il vaut mieux utiliser un dispositif à bande étroite d'où l'invention du résonateur (voir le paragraphe I.2.3).

I - 2 - 2 - Filtres

Les premières applications des dispositifs à OES en tant que filtres de fréquences ont été réservées aux domaines militaire et professionnel. Les premières applications grand public ont été les filtres de bande pour téléviseur et pour radio, dès les années 1970. Le domaine des filtres à OES a littéralement explosé dans les années 1990, avec l'avènement de la téléphonie mobile. Ces filtres ont d'abord été utilisés pour le filtrage aux fréquences intermédiaires (70-300 MHz) des standard GSM, puis peu à peu (au cours des années 1990), grâce aux progrès des procédés de photolithographie, ils ont été étendus aux filtres radiofréquences (jusqu'à 2,2 GHz, fréquence UMTS, voire plus pour certaines réalisations spécifiques).

Ces filtres reposent toujours sur le transducteur mis au point par White et Voltmer, et ainsi sur la capacité des peignes interdigités à générer et à détecter des ondes élastiques à la surface d'un matériau piézoélectrique. Grâce à la très faible vitesse des ondes élastiques vis-à-vis de celle des ondes électromagnétiques, il est possible de réaliser dans un très faible encombrement des composants comportant plusieurs centaines de longueurs d'onde.

Nous allons tout d'abord rappeler ici les paramètres principaux qui caractérisent un filtre. Dans les systèmes RF, il est de coutume d'utiliser la matrice de diffraction. Cette matrice relie les ondes sortantes aux ondes entrantes dans un quadripôle (Figure 1-6).

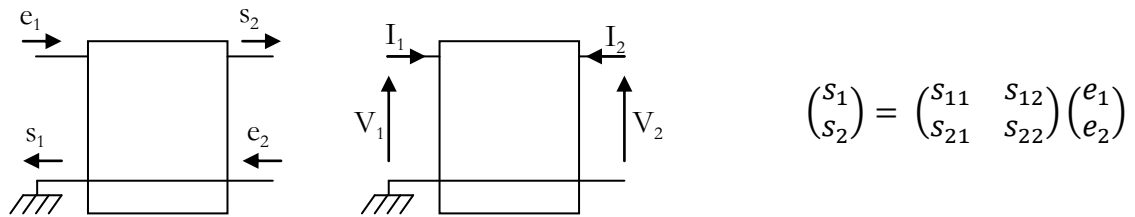


Figure 1-6 - Paramètres S et fonction de transfert d'un quadripôle.

S_{11} et S_{22} sont les coefficients de réflexion des ondes, tandis que S_{12} et S_{21} sont les coefficients de transmission ($S_{12} = S_{21}$ lorsque le dispositif est symétrique). On appelle fonction de transfert le terme S_{21} de la matrice de diffraction. Les spécifications d'un filtre s'expriment à partir de ses paramètres S , en dB [11], et sont représentées schématiquement sur la Figure 1-7. Les caractéristiques principales sont les suivantes :

- Impédance : on indique sur quelles impédances caractéristiques d'entrée et de sortie sont exprimés les paramètres S , en général l'impédance moyenne au voisinage de la bande passante : 50Ω .
- Fréquence centrale f_c : définie comme la fréquence médiane entre deux fréquences à niveau de transmission donné (-1 dB, -3 dB).
- Pertes d'Insertion IL^a : niveau maximum de transmission, toujours négatif pour un filtre passif.
- Bande passante Bw^b : distance encadrant la fréquence centrale, à niveau de transmission donné (-1 dB, -3 dB).
- Bande de transition Bt : distance entre deux fréquences à deux niveaux de transmission donnés d'un même côté de la bande passante (par exemple entre -40 dB et -3 dB).

^a IL : Insertion Loss

^b Bw : Bandwidth

- Niveau de réjection R : exprimé en général en relatif par rapport aux pertes minimales, dans une bande de fréquence hors bande passante.

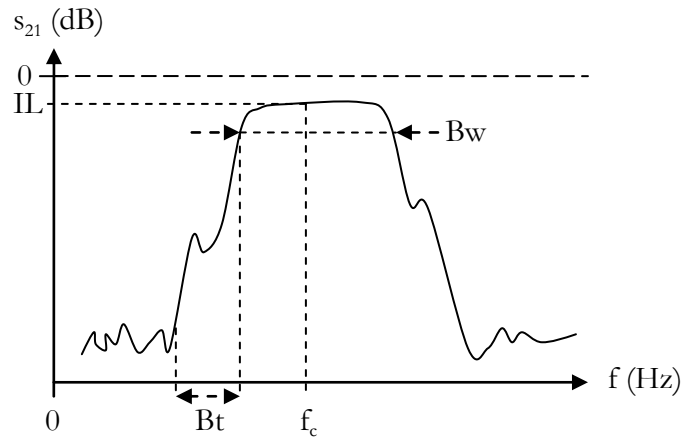


Figure 1-7 - Fonction de transfert type d'un filtre, avec f_c la fréquence centrale, IL les pertes d'insertion, Bw la bande passante et Bt la bande de transition.

Les filtres classiques [12] développés dans les années 1970-1980 sont réalisés selon le schéma de la ligne à retard : ils comportent deux transducteurs en regard l'un de l'autre. Ils appartiennent à la catégorie des filtres à réponse impulsionnelle finie. Le principal inconvénient de cette approche vient du caractère bidirectionnel des transducteurs, une partie de l'énergie acoustique étant émise dans la direction opposée au récepteur. De plus, il existe un signal parasite dit « triple transit » : lorsque le récepteur reçoit le signal acoustique, une tension est générée à ces bornes, qui est retransformée en énergie acoustique et qui donne lieu à une réémission. Finalement, bien que présentant des caractéristiques fonctionnelles remarquables, les pertes d'insertion de ces filtres (de l'ordre de 20 dB sur quartz), dues à ces deux phénomènes, constituent une limitation forte. En effet, l'absence de coupes permettant l'excitation d'ondes à fort couplage ($> 1\%$ sur quartz) compensées des effets de température ne permet pas de tirer le meilleur parti de cette solution.

Dans les années 1990, la croissance explosive du marché des téléphones cellulaires a mobilisé les équipes de recherche qui ont développé de nouvelles structures de filtres, plus complexes, et permettant notamment de diminuer les pertes d'insertion. On peut citer par exemple les filtres DART [13,14,15], dérivés des filtres classiques où des réflexions internes dans les transducteurs ont été introduites de manière à réduire les pertes. Les réflecteurs sont distribués dans les transducteurs d'où le nom de « Distributed Acoustic Reflection Transducer ». Viennent ensuite les filtres à très faibles pertes [16,17], utilisant des réflexions totales. Ils sont constitués de

résonateurs couplés entre eux par divers mécanismes, acoustiques ou électriques. Ils appartiennent à la catégorie des filtres à réponse impulsionnelle infinie.

I - 2 - 3 - Résonateurs

Les résonateurs à OES sont les éléments de base pour beaucoup de composants passifs dédiés au traitement du signal, notamment les filtres de fréquence ou les oscillateurs. Les résonateurs à OES sont constitués d'une partie transductrice centrale entourée par deux réflecteurs, comme schématisé sur la Figure 1-8, faisant office de cavité résonante, et permettant d'exciter des modes de vibration stationnaires piégés.

Le transducteur est constitué de deux peignes métalliques inter-digités. Il permet d'exciter les ondes se propageant dans le sens du champ électrique, c'est-à-dire perpendiculairement aux électrodes. Il peut être considéré comme la somme de sources électroacoustiques élémentaires correspondant aux zones où le champ électrique est effectivement appliqué. Avec cette définition, une source est constituée d'une paire d'électrodes. Son étendue spatiale est fixée par la distance inter-électrode, dans la direction de propagation, et le recouvrement entre les électrodes dans la direction transverse est communément appelé ouverture acoustique.

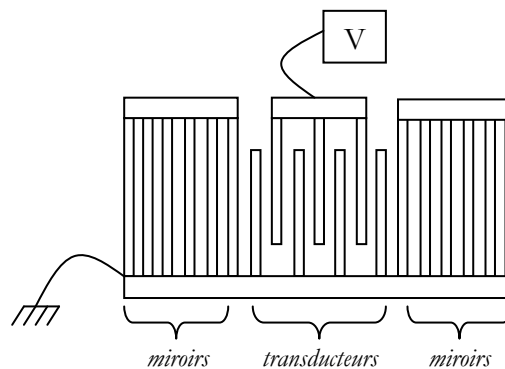


Figure 1-8 - Structure d'un résonateur à OES.

Les miroirs sont des réseaux périodiques d'électrodes court-circuitées ou en circuit ouvert, de même période que le réseau émetteur (résonateur synchrone) ou de période légèrement différente (résonateur asynchrone [18]). Le coefficient de réflexion du miroir est la somme de deux contributions : une partie purement électrique, liée au changement de conditions électriques sous l'électrode, une autre partie de nature mécanique, liée au changement topologique sous l'électrode (effet de masse).

Bien évidemment, l'excitation sélective d'un mode nécessite une disposition adéquate des électrodes sur la structure : le champ électrique doit engendrer les déformations correspondant à la vibration que l'on désire exciter. Dans ces conditions, si l'onde se propage sous le réseau d'électrodes de période p à la vitesse V , la condition de synchronisme est obtenue à la fréquence :

$$f_r = \frac{V}{2p}$$

A cette fréquence, les déplacements mécaniques localisés en surface de la cavité sont maximums : on parle de fréquence de synchronisme. Si de plus les miroirs réfléchissent en phase les ondes émises de part et d'autre du transducteur vers ce dernier à cette fréquence, nous obtenons un phénomène de résonance.

Du point de vue électrique, on définit (Figure 1-9) :

- la fréquence de résonance du système : elle correspond au maximum de réponse électrique (maximum de conductance) et coïncide généralement avec la résonance mécanique du système,
- la fréquence d'anti-résonance du système : elle correspond au minimum d'admittance et coïncide avec le point d'annulation de la susceptance (aucune vibration n'est engendrée à cette fréquence). L'écart relatif entre fréquences de résonance et d'anti-résonance est caractéristique du couplage piézoélectrique du substrat et ne dépend pas de la géométrie du résonateur en première approximation.

Comparés aux lignes à retard, les résonateurs permettent d'obtenir une rotation de phase très forte au voisinage de la résonance. Les conditions de Barkhausen, que nous définirons plus précisément dans la partie II consacrée aux oscillateurs, ne sont alors satisfaites qu'en ce point de fréquence précis.

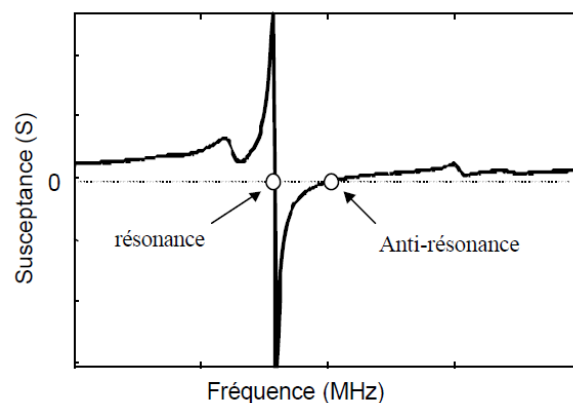


Figure 1-9 - Réponse électrique d'un résonateur à OES.

I - 2 - 4 - Capteurs

La sensibilité des fréquences de fonctionnement aux conditions de propagation en surface permet de concevoir des capteurs à OES précis, pour la mesure de grandeurs physiques, comme la détection de liquides ou de gaz. Les dispositifs peuvent être des résonateurs ou des lignes à retard, la transmission de la ligne étant très sensible à toute modification de surface ou perturbation du trajet acoustique. Ces dispositifs offrent l'avantage de pouvoir être interrogés à distance grâce entre autres à la nature linéaire du principe d'excitation. Dans certains cas (capteurs de grandeurs physico-chimiques), le composant est monté en oscillateur pour permettre une mesure en fréquence ou en phase. La sensibilité est améliorée en recouvrant la surface active du composant d'une couche capable d'emprisonner très sélectivement les substances à détecter. A noter pour ces applications l'importance d'obtenir des coefficients de qualité élevés pour mesurer avec précision le phénomène.

Les premières applications des dispositifs à OES comme capteur de pression ont été proposées par J.F. Dias et H.E. Karrer [19]. Le principe consiste à placer des peignes interdigités de part et d'autre d'une membrane. La pression différentielle exercée sur la membrane induit un champ de contraintes qui modifie les constantes élastiques effectives du matériau et donc la vitesse de propagation des ondes (Figure 1-10). La mesure du temps de vol des ondes permet ainsi de déterminer la contrainte vue par l'onde élastique et de déterminer la pression différentielle induisant cette contrainte.

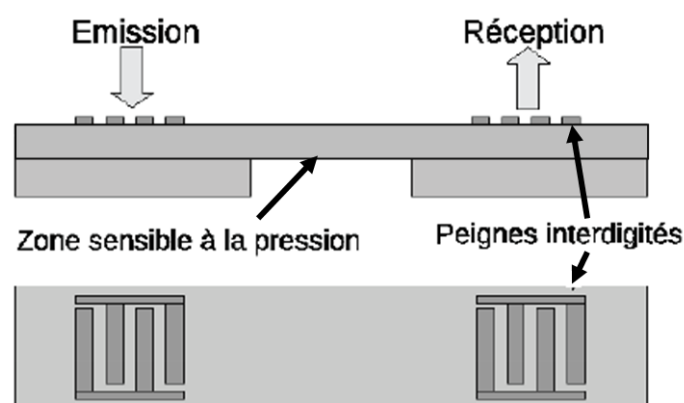


Figure 1-10 - Schéma de principe d'un capteur de pression.

I - 3 - Bilan

Cette première partie nous a permis d'introduire le principe de la piézoélectricité et de présenter les quelques types de dispositifs à ondes de surface faisant appel à ce principe. Le constat que l'on peut faire est que lignes à retard, filtres, résonateurs et capteurs sont tous fondés sur la même architecture de stimulation des OES : les avancées effectuées dans un domaine d'application affecteront inévitablement les autres.

La partie suivante va être consacrée aux oscillateurs. En effet, nous allons nous concentrer sur la fabrication de résonateurs à ondes de surface qui serviront à stabiliser des oscillateurs à haute fréquence. Avant de fixer plus en détail les objectifs de cette étude, nous allons présenter les principales caractéristiques d'un oscillateur.

II - Les Oscillateurs

Un oscillateur est un système autonome auto-entretenu capable de générer un signal périodique dans le temps. Ce signal est caractérisé par sa fréquence ν_0 exprimée en Hz ou sa période T_0 exprimée en seconde. En métrologie, on demande aux oscillateurs d'être stables, c'est-à-dire d'engendrer un signal de fréquence la plus constante possible au cours du temps. Dans cette partie, nous rappelons quelques notions de base nécessaire à la compréhension de leur fonctionnement. Le lecteur intéressé peut se reporter à la thèse de doctorat de R. Boudot [20] ou à l'ouvrage de E. Rubiola [21] qui ont servi de base à la rédaction de cette partie, où nous allons présenter les éléments constitutifs d'un oscillateur, les différentes topologies et enfin les sources d'instabilités de fréquence correspondantes.

II - 1 - Eléments constitutifs d'un oscillateur

Dans sa plus simple configuration, un oscillateur est composé d'un résonateur et d'un amplificateur. Le résonateur est l'élément fixant la fréquence ν_0 d'oscillation (il s'agit de sa fréquence de résonance). Intuitivement, on comprend que l'amplitude des oscillations va progressivement diminuer car diverses forces ou perturbations dissipent l'énergie du résonateur. Cette perte d'énergie est habituellement représentée par le facteur de qualité Q_0 défini comme :

$$Q_0 = 2 \pi f_0 \frac{E_{tc}}{P_{mc}} = 2\pi \frac{\text{Energie stockée}}{\text{Pertes d'énergie par cycle}}$$

avec E_{tc} l'énergie emmagasinée par cycle dans le résonateur et P_{mc} la puissance moyenne dissipée par cycle. Dans le cas d'un pendule, Q_0 correspond approximativement au nombre d'oscillations qu'effectue ce dernier avant de perdre la totalité de son énergie. Pour être exploitable, le résonateur doit pouvoir échanger de l'énergie W avec l'extérieur via un couplage quelconque. Ce couplage entraîne des pertes d'énergie provoquant également un amortissement des oscillations. Ces pertes sont habituellement représentées par l'énergie ΔW cédée à l'environnement pendant une période T_0 . On introduit alors le facteur de qualité de l'extérieur Q_{ext} défini par :

$$Q_{ext} = 2 \pi \frac{W}{\Delta W}$$

Le facteur de qualité en charge Q_L du résonateur est obtenu par :

$$\frac{1}{Q_L} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_{ext}}$$

Dans le domaine fréquentiel, ces pertes se traduisent par un élargissement de la raie de résonance.

Le facteur de qualité est alors :

$$Q_L = \frac{\nu_0}{\Delta\nu}$$

avec $\Delta\nu$ la largeur de raie à -3 dB.

La Figure 1-11 montre la réponse typique en module et en phase d'un résonateur.

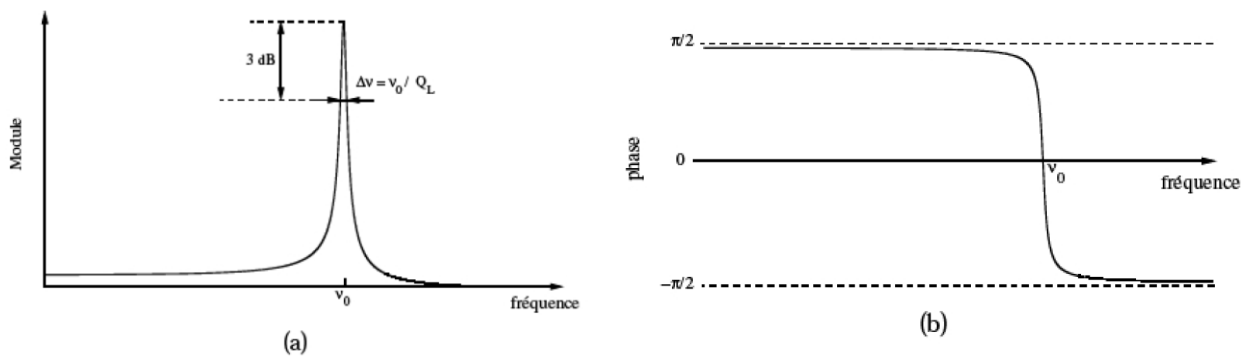


Figure 1-11 - Module (a) et phase (b) de la réponse d'un résonateur.

Pour obtenir un oscillateur, on associe ce résonateur à un amplificateur dont le rôle est de compenser les pertes d'énergie du résonateur. Evidemment, ce mécanisme d'entretien doit agir en cohérence, en phase avec le système oscillant. Deux conditions (conditions de Barkhausen) en module et en phase sont donc nécessaires au démarrage des oscillations :

- le gain de boucle doit être supérieur à 1,
- la phase totale de la boucle doit être égale à $0 + 2k\pi$ (avec k entier).

II - 2 - Différentes topologies d'oscillateurs

II - 2 - 1 - Oscillateur à contre-réaction parallèle

Un oscillateur à contre-réaction parallèle est un système dans lequel un amplificateur de gain G fonctionnant en régime non-linéaire est en contre-réaction d'un élément passif (résonateur) qui

permet de fixer la fréquence d'oscillation (voir Figure 1-12). Le gain de boucle au voisinage de la fréquence du résonateur est supérieur à 1, de sorte que l'oscillateur démarre et son signal augmente en amplitude jusqu'à être limité par la saturation de l'amplificateur. Le gain de boucle est inférieur à 1 pour les autres fréquences (le résonateur peut être alors considéré comme un filtre stabilisant la fréquence à une valeur cible) et l'on vérifie la stabilité de l'amplificateur, de sorte que l'oscillation ne puisse se produire qu'à travers le résonateur. On résume les conditions d'oscillation par :

$$G.A = 1$$

$$\text{et } \varphi_{\text{ampli}} + \varphi_{\text{passif}} = 0 + 2k\pi$$

avec A l'atténuation de la partie passive. φ_{ampli} et φ_{passif} sont respectivement la phase de l'amplificateur et la phase de la partie passive à la fréquence ν_0 .

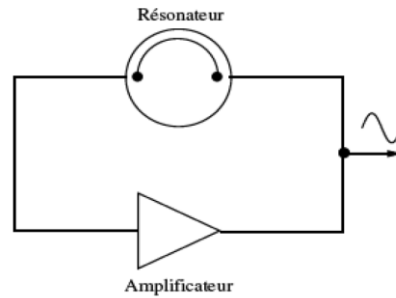


Figure 1-12 - Modèle élémentaire d'un oscillateur à contre réaction parallèle.

II - 2 - 2 - Oscillateur à contre-réaction série

Une autre configuration possible est celle de l'oscillateur à résistance négative. Dans un oscillateur à contre-réaction série, dont un schéma est donné sur la Figure 1-13, les parties active et passive se comportent respectivement comme un amplificateur en réflexion d'impédance Z_{ampli} et une cavité en réaction d'impédance Z_{res} . Pour présenter une résistance négative, il faut réaliser une contre-réaction sur l'émetteur du transistor (ou dans certains cas avoir recours à une configuration différente telle que collecteur commun ou base commune). Toute onde incidente issue de la cavité est amplifiée et réfléchiée par le transistor jusqu'à ce que les conditions d'oscillation soient satisfaites. Γ_{ampli} et Γ_{res} étant les coefficients de réflexion, les conditions d'oscillation s'écrivent :

$$Z_{\text{ampli}} + Z_{\text{res}} = 0$$

$$\text{ou } \Gamma_{\text{ampli}} \cdot \Gamma_{\text{res}} = 1$$

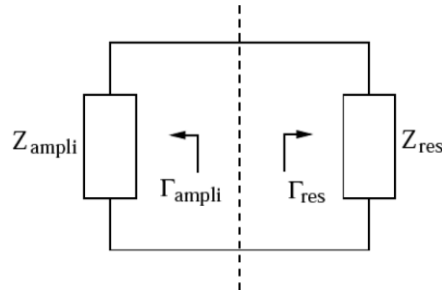


Figure 1-13 - Modèle de l'oscillateur à résistance négative.

II - 3 - Instabilités de fréquence

II - 3 - 1 - Définitions

Le signal $V(t)$ délivré par un oscillateur idéal conserve en permanence la même fréquence ν_0 et la même amplitude V_0 . On a alors :

$$V(t) = V_0 [\cos(2\pi\nu_0 t)]$$

Dans le domaine fréquentiel, le signal délivré par un oscillateur idéal est donc constitué d'un seul pic de Dirac à la fréquence ν_0 . Dans la réalité, différents phénomènes modifient la phase et l'amplitude du signal d'une oscillation à l'autre. Le signal réel $V(t)$ s'écrit alors sous la forme :

$$V(t) = V_0 [1+a(t)] [\cos (2\pi\nu_0 t + \varphi(t)]$$

avec $a(t)$ et $\varphi(t)$ les modulations d'amplitude et de phase du signal, respectivement. Dans la plupart des cas, les fluctuations d'amplitude sont négligeables par rapport aux fluctuations de phase. La caractérisation des fluctuations de fréquence du signal peut être réalisée soit dans le domaine temporel, soit dans le domaine fréquentiel.

II - 3 - 2 - Caractérisation des instabilités de fréquence dans le domaine temporel

La caractérisation des instabilités de fréquence dans le domaine temporel fait appel à des méthodes statistiques. Son principe consiste à répéter la mesure de la fréquence du signal un grand nombre de fois de façon à obtenir un tableau de valeurs $f_1, f_2, f_3, \dots, f_N$. Une première estimation exploite la moyenne $\langle \nu \rangle$ sur N mesures :

$$\langle v \rangle = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N v_k$$

La variance est donnée par :

$$\sigma_v^2 = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N (v_k - \langle v \rangle)^2 = \langle v_k^2 \rangle - \langle v \rangle^2$$

En pratique, la mesure de la variance est effectuée sur un temps fini noté τ pouvant être représenté dans le domaine temporel par sa réponse impulsionnelle $b_i(t)$. Ainsi, dans le domaine fréquentiel, le calcul de la variance vraie est donné par :

$$\sigma_{\langle y_k \rangle}^2 = \int_0^\infty S_y(f) |H_1(f)|^2 df$$

où $H_1(f) = \sin(\pi f \tau) / (\pi f \tau)$ est la transformée de Fourier de $b_i(t)$. $S_y(f)$ est la densité spectrale des fluctuations relatives de fréquence. Ce calcul pose alors un problème de convergence pour certains types de bruits. Pour remédier à cela, on réalise le calcul d'une variance approchée à deux échantillons dite variance d'Allan. On considère alors deux comptages successifs (sans temps morts) d'une durée τ , démarrants respectivement au temps t_k et t_{k+1} et permettant d'obtenir les fluctuations en fréquence y_k et y_{k+1} . La variance d'Allan $\sigma_y^2 = \langle \tau \rangle$ est alors donnée par :

$$\sigma_y^2 = \frac{1}{2} (\langle y_{k+1} \rangle - \langle y_k \rangle)^2$$

On utilise en pratique $\sigma_y(t)$ pour caractériser la stabilité relative de fréquence d'un oscillateur. Le banc de mesure classiquement utilisé pour la mesure de stabilité de fréquence dans le domaine temporel est reporté sur la Figure 1-14. Un signal de battement est obtenu entre le signal à mesurer et une référence à l'aide d'un mélangeur. La fréquence du signal de battement est alors analysée à l'aide d'un compteur réciproque lui-même piloté par une référence stable. Le compteur est connecté à un ordinateur effectuant le calcul de variance.

II - 3 - 3 - Caractérisation des instabilités de fréquence dans le domaine fréquentiel

Dans le domaine fréquentiel, les densités spectrales de puissance $S_\varphi(f)$ et $S_a(f)$, exprimées respectivement en rad^2/Hz et Hz^{-1} , caractérisent la répartition fréquentielle de $\varphi(t)$ et $a(t)$. La modulation de phase et d'amplitude du signal par le bruit provoque un étalement de puissance du

signal sur une bande de fréquence autour de la fréquence centrale ν_0 (voir Figure 1-15). La pureté spectrale peut alors être caractérisée pour chaque fréquence ν à une distance $f = \nu - \nu_0$ de la porteuse par la puissance disponible P_ν sur la puissance de la porteuse P_0 . En présence du seul bruit de phase, on a alors :

$$S_\phi(f) = 10 \log \left(\frac{2P_\nu}{P_0} \right)$$

On peut aussi faire l'analyse du signal dérivé $\dot{\phi}(t)$. Il caractérise les fluctuations de la fréquence instantanée définie comme la dérivée de la phase totale, soit :

$$\nu(t) = \nu_0 + \dot{\phi} \frac{(t)}{2\pi}$$

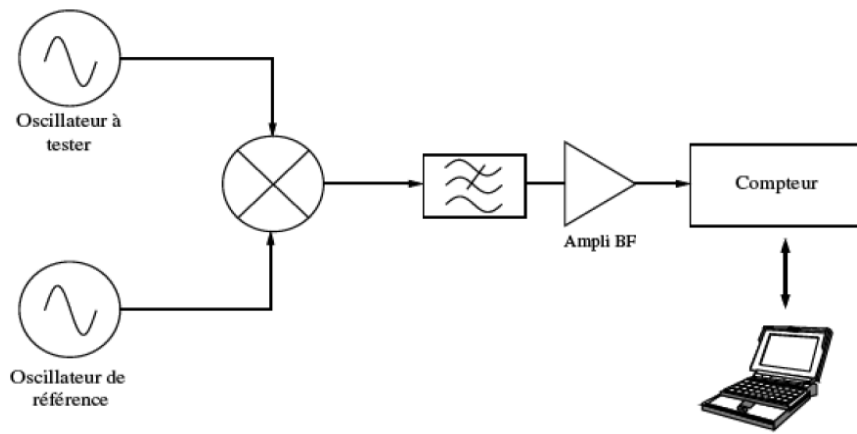


Figure 1-14 - Banc de mesure de la stabilité de fréquence d'un oscillateur dans le domaine temporel.

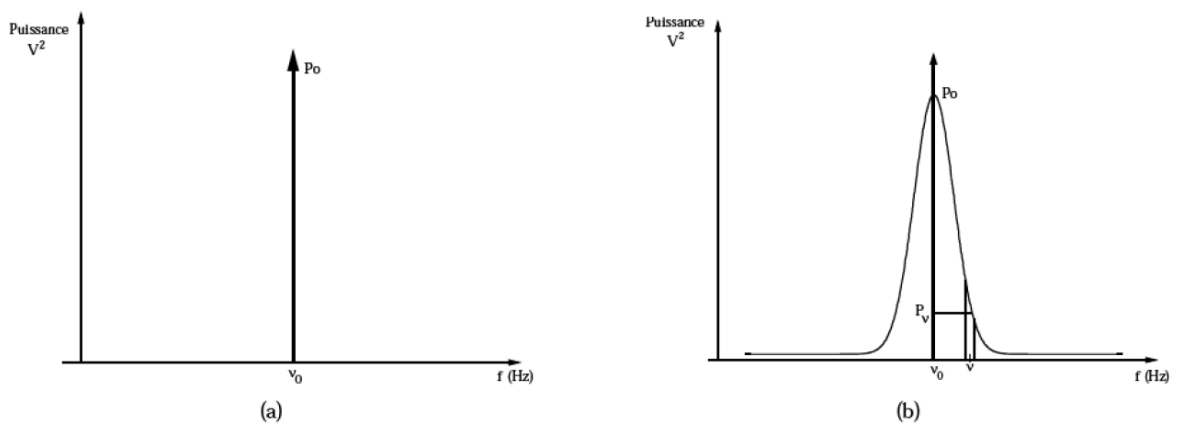


Figure 1-15 - a) Pic de Dirac d'un oscillateur idéal - b) Etalement fréquentiel de la puissance du signal dû au bruit dans un oscillateur réel.

Il est commode d'utiliser la quantité sans dimension :

$$y = \frac{\nu - \nu_0}{\nu_0} = \frac{\dot{\varphi}(t)}{2\pi\nu_0}$$

qui représente les fluctuations relatives de fréquence. Le spectre correspondant est noté $S_y(f)$. $\varphi(t)$ est la dérivée temporelle de $y(t)$. Les spectres sont donc dans un rapport $j2\pi f$ par transformée de Fourier. Il en résulte que leurs densités spectrales sont liées par :

$$S_y(f) = \frac{f^2}{\nu_0^2} S_\varphi(f)$$

Les mesures du spectre de bruit de phase $S_\varphi(f)$ constituent à elles seules un domaine de la métrologie. L'équation précédente met en évidence qu'il est possible de lier les résultats de l'analyse temporelle avec ceux de l'analyse fréquentielle. Un modèle classiquement utilisé pour décrire le spectre de bruit de phase d'un oscillateur est celui dit de la « loi en puissance ». On a ainsi :

$$S_\varphi(f) = \sum_{i=-4}^0 b_i f^i$$

et

$$S_y(f) = \sum_{i=-2}^2 h_i f^i$$

Le spectre de bruit de phase tracé dans un diagramme log-log (Figure 1-16) est alors constitué de plusieurs droites de pentes différentes. A chacune de ces pentes correspond un type de source de bruit (Tableau 1-1).

Type de Bruit	$S_\varphi(f)$	$S_y(f)$	$S_\varphi \leftrightarrow S_y$	$\sigma_y^2(\tau)$
Bruit blanc de phase	b_0	$h_2 f^2$	$h_2 = \frac{b_0}{\nu_0^2}$	$\propto \tau^{-2}$
Bruit flicker de phase	$b_{-1} f^{-1}$	$h_1 f$	$h_1 = \frac{b_{-1}}{\nu_0^2}$	$\propto \tau^{-2}$
Bruit blanc de fréquence	$b_{-2} f^{-2}$	h_0	$h_0 = \frac{b_{-2}}{\nu_0^2}$	$\frac{1}{2} h_0 \tau^{-1}$
Bruit flicker de fréquence	$b_{-3} f^{-3}$	$h_{-1} f^{-1}$	$h_{-1} = \frac{b_{-3}}{\nu_0^2}$	$2 \ln(2) h_{-1}$
Marche aléatoire de fréquence	$b_{-4} f^{-4}$	$h_{-2} f^{-2}$	$h_{-2} = \frac{b_{-4}}{\nu_0^2}$	$\frac{4\pi^2}{6} h_{-2} \tau$

Tableau 1-1 - Type de bruit, densité spectrales de puissance et variance d'Allan.

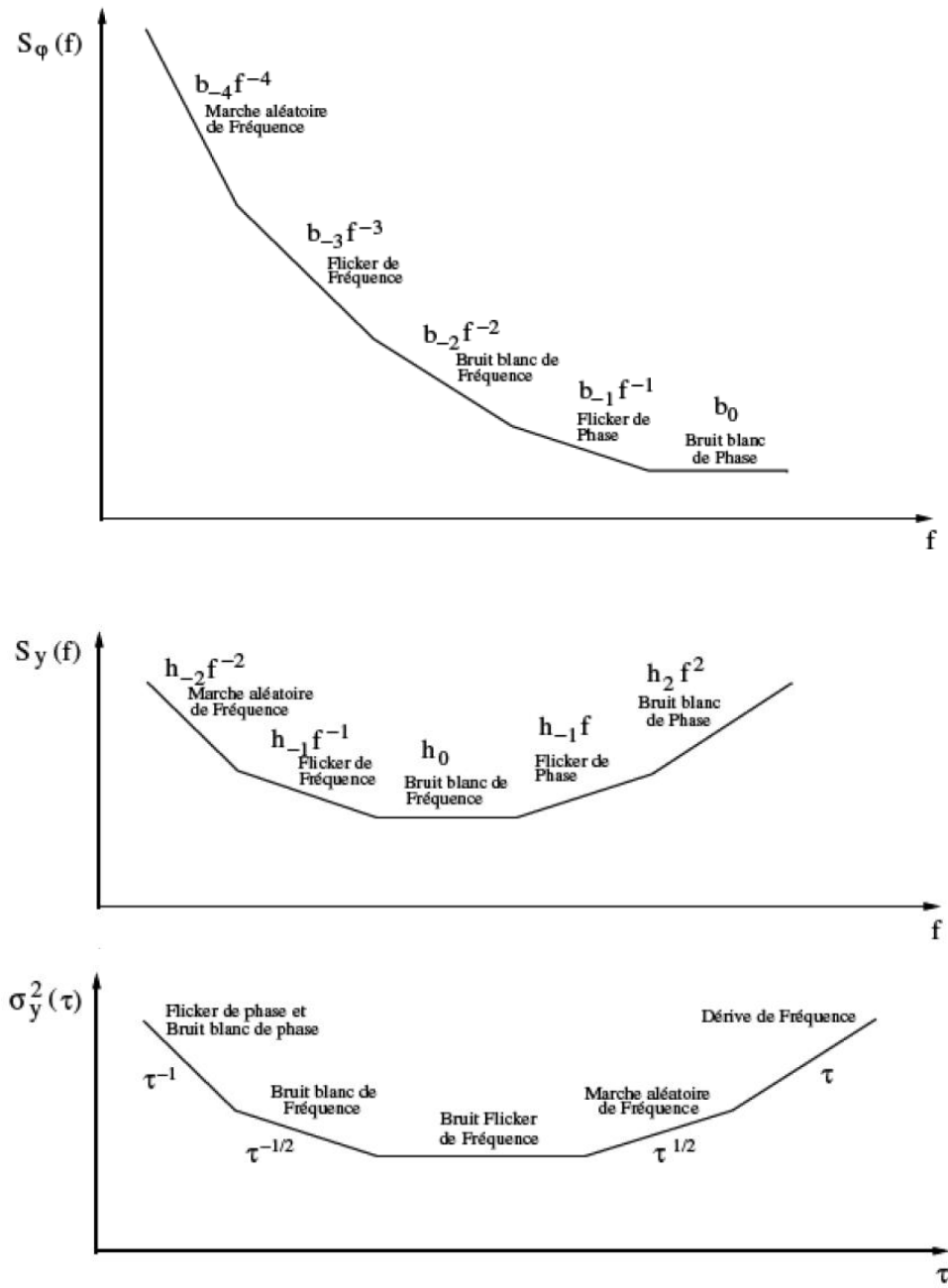


Figure 1-16 - Spectre des fluctuations de phase $S_\phi(f)$, de fréquence $S_y(f)$ et variance d'Allan $\sigma_y^2(t)$ [20].

II - 4 - Utilisation des résonateurs à OES pour la stabilisation d'oscillateurs

L'utilisation des résonateurs à OES pour la stabilisation d'oscillateurs à haute fréquence ne date pas d'aujourd'hui. En 1988, Parker *et al.* [22] synthétisent dans leur article les quatre principaux facteurs motivant l'utilisation de tels résonateurs :

- la large gamme de fréquence de fonctionnement (100 à 2000 MHz) ainsi que leurs coûts de fabrication, tailles et consommation énergétique réduits,
- le choix entre lignes à retard et résonateurs offrant une large flexibilité au niveau du choix de la structure, permettant une large plage de modulation et de niveau de bruit de phase,
- la facilité de fabrication de tels résonateurs, compatible avec les technologies standard de la microélectronique,
- la fiabilité de leur mise en œuvre puisque ce sont les périodes des transducteurs et des réflecteurs qui fixent la fréquence de fonctionnement, et non les dimensions physiques du matériau comme pour un dispositif à OEV.

La stabilisation d'oscillateurs haute fréquence ($f > 1$ GHz) fondée sur ce type de résonateurs arrive à maturité à la fin des années 1990, avec par exemple la réalisation d'un oscillateur à contre réaction stabilisé par un résonateur fondé sur des ondes de Bleustein Gulayev (STW) se propageant sur quartz de coupe Y, fonctionnant à 2 GHz et présentant un bruit de phase de -95 dBc/Hz à 1 kHz de la porteuse, et un bruit plancher de -157 dBc/Hz [23]. Ces caractéristiques ont été améliorées par Hay *et al.* toujours en utilisant un résonateur double-ports sur quartz (ondes STW) et en utilisant un amplificateur SiGe faible bruit, le tout encapsulé dans un boîtier de $5 \times 5 \times 12,5$ mm³. Les propriétés de l'oscillateur fonctionnant à 2,4 GHz sont un bruit de -107 dBc/Hz à 1 kHz de la porteuse et un bruit plancher de -175 dBc/Hz [24]. Le milieu des années 2000 voit l'apparition d'oscillateurs exploitant des résonateurs réalisés sur substrats composites à base de diamant, permettant d'obtenir des vitesses d'onde de l'ordre de 10000 m.s⁻¹ [25]. Nous détaillerons dans la partie suivante l'intérêt et les limitations de l'utilisation de ce matériau, mais pouvons d'ores et déjà donner les caractéristiques obtenues par Fujii *et al.* [26] : des bruits de phase de -75 dBc/Hz et -90 dBc/Hz à 1 kHz de la porteuse, et des bruits plancher de -160 dBc/Hz et -165 dBc/Hz, respectivement pour des oscillateurs stabilisés à 1,5 GHz et 3,6 GHz. Les résonateurs sont fondés sur des ondes assimilées aux ondes de Rayleigh.

II - 5 - Conclusion : application des oscillateurs aux systèmes Radars

Les radaristes mesurent des distances à partir du temps de transit d'une impulsion électromagnétique. Ils recherchent une grande précision de détection (quelques centimètres) mais pendant une durée faible (approximativement le temps d'un aller-retour de l'onde). Si l'on s'intéresse à la vitesse d'un mobile, on utilise un système Radar par effet Doppler. Ce dernier consiste à générer à l'aide d'un oscillateur local une onde électromagnétique de fréquence ν et à l'émettre en direction d'un objet en mouvement avec une antenne. Le signal, réfléchi par ce dernier et reçu par l'antenne, est atténué en amplitude et décalé en fréquence par effet Doppler. Ce décalage $\Delta\nu$ est proportionnel à la vitesse v de la cible :

$$\Delta\nu = \frac{2v}{c} \nu_1$$

avec c la vitesse de propagation des ondes dans le milieu concerné et ν_1 la fréquence d'émission.

Le signal généré par l'oscillateur n'étant pas parfaitement monochromatique, la puissance qu'il transporte est étalée sur une certaine bande de fréquence autour de la fréquence centrale ν et le signal utile de fréquence $\Delta\nu$ portant l'information risque d'être masqué (voir Figure 1-17). Ceci met donc en évidence l'importance de disposer d'un oscillateur à très haute pureté spectrale dans ce type de système.

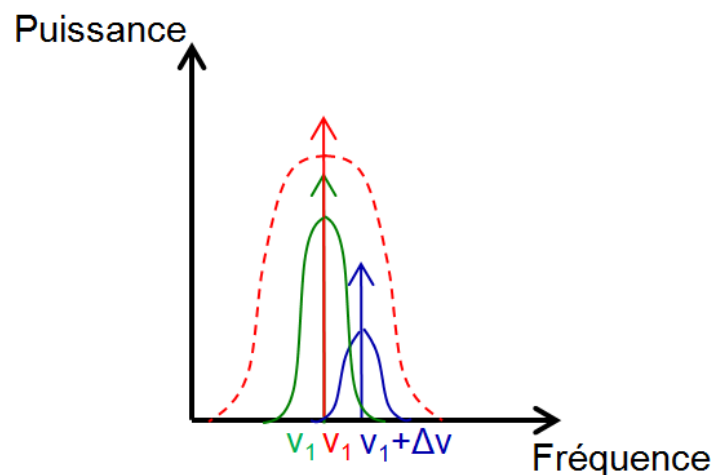


Figure 1-17 - L'écho parasite de fréquence ν_1 ne doit masquer l'information importante de fréquence $\nu_1 + \Delta\nu$. Courbe verte (trait plein), oscillateur à haute pureté spectrale ; courbe rouge (pointillés), oscillateur de pureté spectrale insuffisante.

III - Objectifs de l'étude

L'objectif de notre étude est de démontrer l'apport des technologies de lithographie haute résolution au domaine des OES, illustré à travers la réalisation d'un oscillateur. Nous allons fixer ici de manière plus précise les enjeux liés à la réalisation d'un résonateur utilisé pour stabiliser un oscillateur, avant d'exposer dans le chapitre suivant les moyens pour y parvenir.

III - 1 - Contexte

Ce projet de thèse vise à mettre au point des résonateurs à ondes élastiques sur différents substrats, capables de répondre aux besoins de sources très hautes fréquences, c'est-à-dire de 1 GHz à la bande X. Les résonateurs à ondes de surface sont utilisés pour la stabilisation en fréquence des oscillateurs électriques dans la bande de fréquence 50 MHz – 5 GHz. Le besoin en résonateurs à ondes de surface à des fréquences voisines ou supérieures au GigaHertz présentant de faibles pertes d'insertion ainsi qu'un niveau de bruit de phase à 10 kHz de la porteuse maîtrisé, inférieur à -145 dBc/Hz, s'inscrit en particulier dans le développement de systèmes de détection embarqués de haute résolution (applications Radar). Compte tenu de l'état de l'art, des spécifications techniques et des contraintes dimensionnelles généralement imposées pour ce type d'application, seul un composant passif à ondes élastiques guidées permet d'envisager une solution viable. Jusqu'à présent, les matériaux piézoélectriques mono-cristallins de très haute qualité structurale et de composition parfaitement maîtrisée sont les rares composants ayant permis l'obtention des coefficients de qualité attendus, c'est-à-dire des produits Qf (coefficient de qualité \times fréquence) égaux voire supérieurs à 10^{13} [27]. Néanmoins, les vitesses de propagation des ondes exploitées dans ce sens (ondes de Rayleigh, ondes de cisaillement transverses) ne dépassent pas les 5000 m.s^{-1} . Compte tenu des limites technologiques des filières industrielles actuellement en œuvre, particulièrement en termes de résolution de l'étape de lithographie pour la réalisation du transducteur d'excitation, fondé sur des peignes inter-digités périodiques, il n'est guère envisageable de dépasser les 3 GHz, ce qui nous place encore loin de la bande X exploitée par les systèmes de détection évoqués plus haut. Nous allons présenter dans le paragraphe suivant l'état de l'art du domaine, et introduire les moyens que nous allons mettre en œuvre pour monter en fréquence.

III - 2 - Etat de l'art

Les caractéristiques spectrales d'oscillateurs fondés sur l'utilisation de résonateurs à ondes de surface peuvent être résumées en quelques grandeurs-clés donnant une idée claire de l'état de l'art en la matière : le produit Qf du résonateur qui conditionne en premier chef l'efficacité de stabilisation de l'oscillateur qui l'accueille, le bruit de phase au voisinage de la porteuse (dans une bande de fréquence allant de 1 Hz à 100 kHz), le coefficient de sensibilité de la fréquence de résonance aux effets thermiques, première cause d'instabilité des oscillateurs ainsi que la sensibilité du résonateur aux effets mécaniques (accélération, giration, chocs).

Ces chiffres changent selon qu'il s'agisse de résonateurs à ondes de Rayleigh ou à ondes de cisaillement, ainsi qu'en fonction du substrat de propagation utilisé. Le matériau de référence est le quartz- α , de coupe (YXl)/ θ avec θ compris entre 32° et 42° , suivant le point de fonctionnement choisi en température et épaisseur de métallisation. Cette famille de coupes est nommée de façon générique (ST,X) pour les ondes de surface à polarisation elliptique (ondes de Rayleigh se propageant suivant l'axe X) et (AT,Z) pour les ondes de surface transverses (se propageant selon l'axe Z tourné). Dans le cas des ondes de surface transverses (qui réclament une structure de guidage périodique homogène) particulièrement étudiées par Auld [28], la compensation des effets thermiques est obtenue pour θ compris entre 34° et 38° selon les épaisseurs de métallisation. Le coefficient de sensibilité aux effets thermiques du 1^{er} ordre varie dans ce cas plus et plus vite en fonction de l'angle de coupe que pour les ondes de Rayleigh. Les ondes de Rayleigh sont rarement utilisées au-delà de 1 GHz, les ondes de surface transverses présentant sur quartz un produit Qf supérieur (1.5×10^{13} contre 9.5×10^{12}) [29,30]. On estime par ailleurs qu'il est bon de rejeter les pics parasites voisins de la résonance principale à un minimum de 10 dB pour s'affranchir de toute contribution au spectre de bruit de leur part. Enfin, l'application visée étant de réaliser un oscillateur, les pertes d'insertion doivent être minimisées (25 dB au maximum) afin de limiter le nombre de composants dans la boucle d'oscillation, et ainsi de limiter au maximum le bruit associé.

Les limites ultimes des composants à OES proposées par les différents fabricants (EPCOS, SANYO, TriQuint...) peuvent se résumer comme suit en termes de réalisations technologiques : il ressort aujourd'hui qu'au-delà de 2,7 GHz (qui correspond en pratique à la limite de résolution des systèmes de photo-répétition de l'industrie des ondes de surface, soit des largeurs de trait de $0.45 \mu\text{m}$ sur quartz AT, ondes de surface transverses), il n'existe pas de solutions industrielles. Des solutions de laboratoire sont envisageables pour améliorer la résolution de lithographie (lithographie électronique, UV profonds) ou pour augmenter les vitesses de propagation des

ondes. Nous détaillons donc ces deux possibilités dans la partie suivante, au travers d'un bref état de l'art scindé en deux parties.

III - 2 - 1 - Etat de l'art, du point de vue du matériau servant de guide d'onde

La première solution consiste à augmenter la vitesse de propagation des ondes. Pour cela, on cherche à réaliser une couche épaisse (quelques longueurs d'ondes acoustiques, typiquement 4 ou 5) de carbone diamant sur laquelle sera déposée une fine couche de matériau piézoélectrique. L'avantage du diamant est de permettre l'obtention de vitesses d'onde de l'ordre de 10000 m.s^{-1} , soit typiquement deux fois plus que les ondes de cisaillement transverses sur quartz. Les matériaux piézoélectriques en couches minces sont généralement handicapés par une dérive thermique non nulle quelles que soient l'orientation de propagation et la coupe. C'est pourquoi les chercheurs et ingénieurs du domaine les associent à une couche supplémentaire (souvent de la silice amorphe) destinée à compenser les variations de propriétés thermoélastiques [31].

Les études dédiées aux couches de diamant poly-cristallin pour la mise au point de dispositifs à ondes élastiques guidées ont principalement été menées autour de la configuration $\text{SiO}_2/\text{ZnO}/\text{Diamant}$, et de quelques variantes tournant autour de ces matériaux. On trouve en particulier de nombreuses réalisations aux alentours de 2,5 GHz montrant des produits Qf de l'ordre de $3 \text{ à } 4 \times 10^{12}$, les pertes d'insertion étant limitées à 5 dB dans le meilleur des cas [32,33]. Un exemple de filtre fonctionnant à 10 GHz est reporté par Hachigo *et al.* [34] dès 1999, présentant un coefficient de qualité de 350, toujours fondé sur cette même configuration (voir Figure 1-18). Ce dernier exploite le 5^{ème} harmonique du 3^{ème} mode guidé, ce qui ne constitue pas vraiment une solution optimale dans la mesure où la réponse utile se trouve dans une zone spectrale où le transducteur rayonne principalement son énergie vers le cœur du substrat. Néanmoins, ces auteurs montrent au moins la possibilité d'obtenir des signaux bien résolus avec une réjection suffisante pour asservir une boucle d'oscillation. Cependant, les effets de température sur la stabilité des modes ainsi excités sont sévères ; l'utilisation de SiO_2 , certainement rédhibitoire pour l'obtention de forts coefficients de qualité, s'avère par contre utile pour compenser les effets thermiques.

Il existe d'autres travaux [35] utilisant le nitrure d'aluminium (AlN) comme matériau piézoélectrique pour l'excitation et la détection des ondes. Ils mettent en valeur l'intérêt de l'utilisation du diamant pour atteindre des fréquences de l'ordre de 8 GHz, mais les produits Qf ($2 \text{ à } 3.10^{12}$) ainsi que les pertes d'insertion supérieures à 50 dB sont encore rédhibitoires pour atteindre notre objectif.

mode harmonics	2nd lowest 5th	3rd lowest 5th
Line + Space (μm)	1.33	2.88
wavelength (fundamental)	2.65	5.75
metallization ratio	0.5	0.5
KHZnO	3.3	1.1
Effective k_2 (%)	0.8	0.28

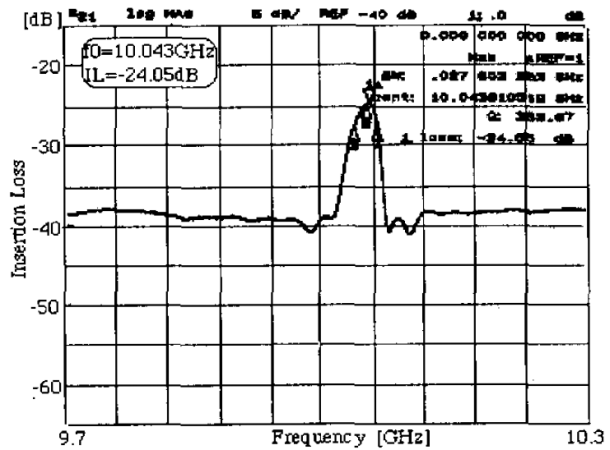


Figure 1-18 - Conditions de fabrication d'un filtre à OES avec une structure IDT/ZnO/Diamant, et résultat expérimental d'un filtre à OES fonctionnant à 10 GHz [34].

Des travaux pionniers permettent une première estimation des avantages apportés par le carbone diamant nanocristallin (Figure 1-19), permettant un léger accroissement du coefficient de qualité et une amélioration des pertes d'insertion vis-à-vis de solutions fondées sur du diamant larges grains [36], ainsi que des avantages technologiques comme une faible rugosité permettant la définition d'électrodes de haute résolution [37].

Pour terminer cette revue des travaux sur l'excitation d'ondes sur diamant, nous mentionnerons les essais de dispositifs à base de niobate de lithium déposé sur de telles couches [38]. L'intérêt principal de cette approche réside dans la possibilité d'exciter des ondes très fortement couplées afin de pouvoir exploiter leurs harmoniques, celles-ci voyant leur couplage réduit d'un ordre de grandeur par rapport au mode fondamental. On peut ainsi envisager l'excitation et la détection d'ondes à très hautes fréquences (10 GHz par exemple) en exploitant des technologies standard de l'industrie des ondes de surface.

De manière générale, de nombreuses combinaisons de matériaux ont été étudiées pour obtenir des dispositifs fonctionnant à haute fréquence. Les céramiques PZT, connues depuis les années 1950, ont elles aussi été étudiées pour les composants à OES mais les pertes acoustiques importantes associées à ce matériau le rendent inexploitable pour les applications visées [39,40], bien que les forts coefficients de couplage soient prometteurs pour les applications hautes fréquences [41]. Malgré les efforts pour diminuer la taille de grain et améliorer la cohérence cristalline afin d'améliorer les pertes, l'intérêt de ce type de matériau pour les applications haute fréquence reste à démontrer.

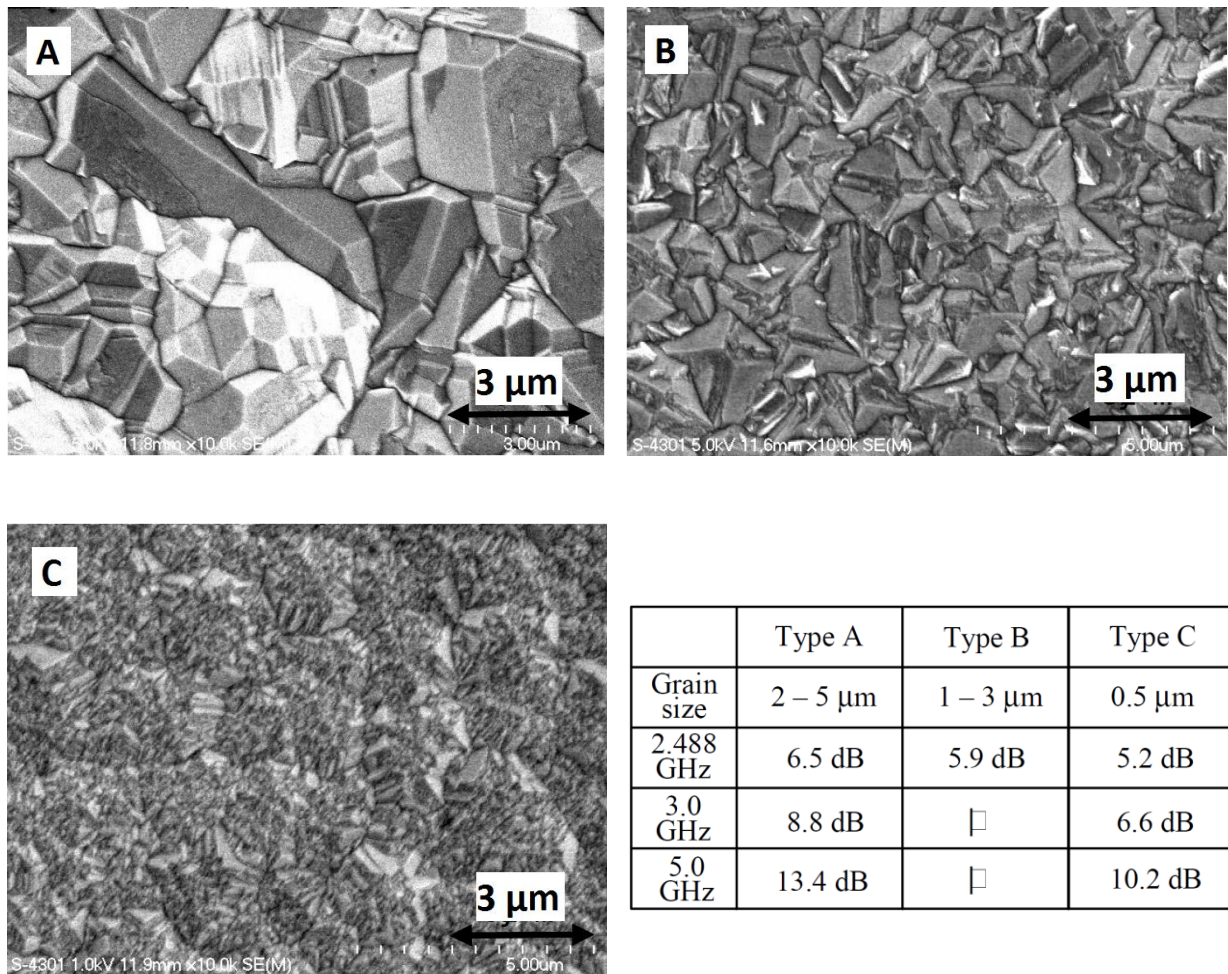


Figure 1-19 - Influence de la taille de grain des films de diamant sur les propriétés du filtre à OES. Images MEB de trois types de dépôt conduisant à des tailles de grains de 2-5 μm , 1-3 μm et 0,5 μm . Mesure des pertes d'insertion (IL) en fonction du type de filtre (fréquence) et de la taille des grains [36].

L'utilisation du diamant comme guide d'ondes permet donc de viser des fréquences de travail de l'ordre de 5 à 10 GHz, afin d'atteindre la bande X à l'aide de procédés de lithographie compatibles avec les moyens industriels de type stepper, et en utilisant les harmoniques des modes fondamentaux. Nous allons maintenant discuter de l'utilisation de matériaux massifs standard pour l'industrie des SAW (type quartz ou niobate de lithium), couplés avec des méthodes de lithographie originales ou de laboratoire, et permettant d'atteindre des résolutions inférieures à 400 nm.

III - 2 - 2 - Etat de l'art, du point de vue des moyens technologiques

La majeure partie des travaux menés afin d'augmenter la fréquence de travail sur matériaux massifs se fonde sur l'utilisation de la lithographie électronique, pour des applications de filtres à OES. Dès le milieu des années 1990, des premiers travaux [42,43] ont porté sur la réalisation de filtres à OES fonctionnant à 10 GHz sur substrat LiNbO_3 YX/128°. Les électrodes en aluminium, de largeur comprise entre 60 et 90 nm, sont fabriquées par lithographie électronique associée à un procédé de *lift-off*. Le meilleur résultat montre un filtre fonctionnant à 10 GHz avec 9 dB de pertes d'insertion. D'autres matériaux ont été évalués, comme le nitrure de gallium (GaN) sur substrat de saphir [44] pour des applications capteurs fonctionnant à 3 GHz, ou le LiTaO_3 Y+36° [45] pour des applications de filtres à OES, toujours à l'aide de cette technologie. Le travail de Iriarte [46] publié en 2010 permet d'avoir un bon aperçu des potentialités de cette technologie, avec la réalisation d'électrodes de 100 nm de large en aluminium sur différents substrats non conducteurs. Ces travaux montrent le potentiel de cette technologie qui permet d'obtenir des électrodes parfaitement définies par la méthode du *lift-off*. Un exemple est présenté sur la Figure 1-20 où on observe malgré une définition fidèle, une dégradation des bords d'électrodes pouvant nuire à la qualité globale du résonateur. Des fréquences supérieures à 10 GHz paraissent donc atteignables sur quartz, en utilisant les ondes STW (vitesse de propagation de l'onde 5100 m.s⁻¹, période des électrodes 200 nm).

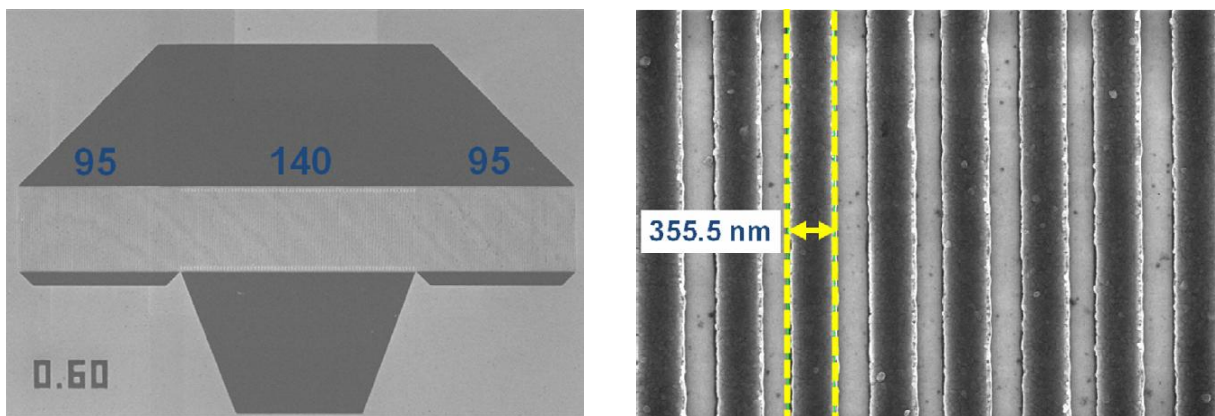


Figure 1-20 - Images MEB du résonateur synchrone comprenant 140 électrodes, et 95 électrodes dans les miroirs – vue générale (à gauche), vue sur un détail du résonateur (à droite) [44].

Il existe aussi des exemples de dispositifs fonctionnant à des fréquences supérieures à 10 GHz et fondés sur l'utilisation d'harmoniques judicieusement générées par des architectures de filtres particulières, et fabriqués par stepper [47,48]. En effet, en utilisant des structures déséquilibrées,

par exemple des électrodes de $4,65\ \mu\text{m}$ de largeur avec un gap entre chacune d'entre elles de $0,35\ \mu\text{m}$, il est possible d'atteindre une fréquence de travail de 7,7 GHz. Néanmoins, il faut que la structure d'excitation permette de tirer parti au mieux des propriétés du substrat et donc le recours à des outils d'analyse complexes est incontournable.

Pour terminer cette revue des moyens technologiques, nous citerons deux technologies encore peu utilisées dans le domaine des OES, à savoir l'utilisation d'un faisceau d'ions focalisés [49] qui permet de déposer les électrodes en aluminium de manière directe et localisée. Les résultats montrent une résonance autour de 1 GHz avec des pertes d'insertion maîtrisées sur substrat LiNbO_3 YX/64°. L'autre approche consiste à utiliser la lithographie par nano-impression [50,51] qui permet par réplication d'un moule dans un polymère, suivie d'une étape de gravure sèche ou de *lift-off*, d'obtenir des électrodes en aluminium. Les résonateurs obtenus fonctionnent jusqu'à des fréquences de 8,6 GHz sur substrat LiNbO_3 , avec des pertes d'insertion qui restent toutefois élevées (62 dB).

En conclusion, l'utilisation de matériaux non conventionnels présentant des vitesses de propagation plus élevées que les substrats monocristallins massifs, ainsi que l'emploi de technologies du type EBL permettant d'accéder à des résolutions supérieures à celles des techniques de lithographie classique, peuvent permettre d'envisager la réalisation de résonateurs haute fréquence. *In fine*, la combinaison des deux méthodes [52] est prometteuse pour atteindre notre objectif, dont l'essence et les moyens pour y parvenir sont précisés dans la partie suivante.

III - 3 - Objectifs

Nous cherchons donc des solutions capables de répondre aux besoins de sources très haute fréquence (de 1 GHz jusqu'à la bande X) de pureté spectrale, stabilité court terme et bruit de phase au voisinage de la porteuse compatibles avec les applications concernées.

Pour ce faire, ce travail de thèse va être réalisé en collaboration avec différentes équipes de recherche orientées vers la synthèse de matériaux, afin de définir conjointement et à l'aide des moyens technologiques disponibles au sein de l'institut FEMTO-ST, des solutions viables pour les applications source.

Tout d'abord, dans le cadre du projet Oscar^a, sont impliqués les spécialistes nationaux de la croissance de films de carbone-diamant, soit le LIMHP, le LEPES, le LIST-CEA et le LPMIA, afin d'identifier les meilleures solutions d'élaboration de telles couches. Ensuite viennent des partenaires capables de réaliser des dépôts de couches minces piézoélectriques à sa surface, nécessaires à l'excitation des ondes. Il s'agit de groupes bénéficiant déjà d'une expérience dans la fabrication de dispositifs piézoélectriques sur carbone-diamant, soit l'IEMN, le LPMIA et l'université d'Uppsala.

Indépendamment, un travail exploratoire sera mené avec l'université de Genève pour évaluer l'intérêt de céramiques PZT élaborées selon une méthode innovante, et permettant d'obtenir des films faiblement rugueux présentant un haut degré de cohérence cristalline. En effet le PZT est un matériau remarquable par ses propriétés diélectriques, ferroélectriques et piézoélectriques, mais la plupart des approches mises en œuvre jusqu'à maintenant pour en produire des films minces (sol-gel, Physical Vapor Deposition (PVD)...) donne lieu à des matériaux granulaires grossiers impropres aux applications RF.

En parallèle de ce travail sur l'utilisation de matériaux non conventionnels, des matériaux massifs dont les propriétés physiques sont parfaitement connues seront également étudiés, soit pour valider une étape technologique, soit pour évaluer leurs limites opérationnelles qui restent encore floues.

Ce travail de thèse sera articulé autour de différents points clefs. Tout d'abord, il s'agira d'identifier le meilleur moyen technologique pour mettre en évidence les propriétés du matériau considéré, et de développer le procédé associé permettant d'atteindre des résolutions suffisantes pour des applications haute fréquence. Afin d'exciter les OES, des structures de transducteurs simples mais permettant une mise en évidence des aptitudes de ces matériaux, de types résonateur simple- ou double-ports, seront simulées grâce à un code développé en interne par l'équipe CoSyMA de l'institut FEMTO-ST. Les combinaisons matériaux/structure résonante les plus pertinentes seront ensuite utilisées pour la réalisation d'oscillateurs dont les caractéristiques (bruit de phase, variance d'Allan) seront présentées.

^a OSCCAR : Oscillateurs de très hautes stabilité et pureté spectrale à résonateurs à ondes élastiques guidées sur Substrats Composites à base de CARbone-diamant nanocristallin

Conclusion

Au travers de ce premier chapitre, divisé en trois parties, nous avons présenté à la fois l'état de l'art des dispositifs à OES, le principe de fonctionnement et les caractéristiques d'un oscillateur ainsi que les objectifs de l'étude. Dans la première partie, nous avons exposé le principe de fonctionnement des peignes inter-digités mis au point par White et Voltmer et les différentes applications qui en ont découlé, à savoir les lignes à retard, les filtres, les résonateurs et les capteurs. Nous avons particulièrement développé le paragraphe sur les résonateurs car ce sont ces dispositifs montrant une forte rotation de phase à la résonance, qui seront utilisés pour stabiliser les oscillateurs haute fréquence que nous prévoyons de fabriquer. En outre, nous avons montré que la méthode de génération et de détection des OES étaient commune aux quatre types de dispositifs et qu'en conséquence les améliorations apportées pourront profiter de manière générale au domaine des OES. Dans la seconde partie, les éléments constitutifs d'un oscillateur ont été présentés, ainsi que les différentes topologies. Ensuite, nous avons décrit les instabilités dans le domaine temporel et fréquentiel en illustrant l'importance de leur maîtrise notamment dans le cadre d'une application Radar où une non mono-chromaticité du signal peut entraîner le masquage de l'information recherchée. Enfin, la dernière partie a été consacrée aux objectifs de l'étude. Nous avons donné son contexte en décrivant le fonctionnement de résonateurs fabriqués sur le matériau de référence à savoir le quartz puis développé plus en détail les objectifs de l'étude. Il s'agit de réaliser des résonateurs haute fréquence en utilisant le diamant comme guide d'onde car il permet d'obtenir des vitesses de propagation des ondes supérieures d'un facteur deux par rapport au quartz. Ceci permet de relâcher les contraintes sur l'étape de fabrication puisqu'avec la même période d'électrodes, des fréquences deux fois plus élevées peuvent être atteintes. Nous travaillerons également sur un autre matériau non conventionnel pour le domaine des OES, à savoir le PZT. En parallèle de ce travail, nous tenterons d'établir une étude des limites opérationnelles du quartz basée sur les moyens de fabrication de l'institut FEMTO-ST.

Chapitre 2 - La Lithographie Electronique et la Gravure par Faisceau d'Ions Focalisés

Introduction

Les moyens d'écriture directe sont représentés au sein de la centrale de technologie MIMENTO de l'institut FEMTO-ST par deux équipements, à savoir une station de lithographie électronique Raith e_Line et un FIB Orsay Physics. La lithographie électronique est une méthode bien connue et mature, largement diffusée au sein des laboratoires de recherche. Elle permet de produire des motifs de haute résolution pour les programmes de recherche dans un très large champ d'applications. Le FIB est également utilisé en routine pour la caractérisation de dispositifs, à travers la réalisation de lamelles pour MET par exemple. Il est en revanche peu employé pour la fabrication de dispositifs, et c'est cette caractéristique que nous proposons de mettre en évidence. Ce chapitre va donc être consacré à la présentation de ces deux équipements qui sont qualifiés de moyens d'écriture directe, c'est-à-dire fondés sur l'utilisation d'un faisceau de particules chargées qui se déplace à la surface du substrat pour modeler la matière. Leur mode de fonctionnement ne permet pas la production de dispositifs avec un grand débit (à l'inverse de ceux qui seront présentés dans le chapitre suivant), mais ils sont parfaits pour les besoins de R&D [53], soit dans notre cas la réalisation de résonateurs sur des substrats divers.

I - La lithographie électronique

L'histoire de la lithographie électronique est fortement liée à celle du Microscope Electronique à Balayage. En effet, son principe de base consiste à défléchir un faisceau d'électrons pour balayer la surface du substrat, soit pour réaliser une image par interaction avec les atomes le formant dans le cas du MEB, soit pour insoler une résine électrosensible préalablement déposée à sa surface dans le cas de l'EBL. Le début des années 1950 voit le développement des premiers MEB, notamment grâce aux travaux de Charles Oatley [54], développement qui va s'accélérer en 1960 avec l'invention d'un nouveau détecteur par Everhart et Thornley [55]. Ce détecteur qui portera leur nom est encore aujourd'hui le détecteur le plus utilisé pour la détection des électrons secondaires. Le premier MEB est commercialisé en 1965 par la société Cambridge Instruments. La course à la réduction des composants, exprimée par la loi de Moore [56], conduit Wells [57] à émettre l'idée dès 1962 d'utiliser des résines électrosensibles et de piloter directement le faisceau électronique d'un microscope à balayage. La rupture technologique intervient en 1969 lorsque Hatzakis [58] démontre que le polymère PMMA est un très bon candidat pour ce type d'application. Il est étonnant de voir que de nos jours, et malgré les avancées scientifiques réalisées depuis plus de 40 ans, la plupart des travaux effectués en EBL sont toujours réalisés à partir de MEB avec un balayage pilotable sur de la résine PMMA. C'est d'ailleurs la voie que nous avons choisie d'explorer à notre tour pour réaliser les résonateurs à OES.



Figure 2-1 - Photo de la station Raith e_Line permettant d'insoler des résines électrosensibles, installée au sein de la centrale de technologie de l'institut FEMTO-ST.

L'intérêt de cette technologie réside dans l'utilisation d'un faisceau de petite longueur d'onde, ce qui nous place loin des phénomènes de diffraction observés en optique photonique pour la fabrication d'objets de taille comprise entre 10 nm et 1 µm. Grâce à l'hypothèse de de Broglie, on peut associer la longueur d'onde des électrons à leur énergie par la relation $\lambda \text{ (nm)} = 1,23/\sqrt{V}$ (avec V la tension d'accélération en volts), ce qui donne par exemple pour une tension de 30 kV, $\lambda = 7.10^{-3} \text{ nm}$.

La station de lithographie utilisée est un système Raith e_Line. La Figure 2-1 permet d'avoir une vue d'ensemble de cette station. Elle est composée d'une colonne électronique équipée d'une cathode chaude à effet de champ qui permet de travailler jusqu'à une tension d'accélération de 30 kV, d'une platine interférométrique (course 100 mm x 100 mm) pour le déplacement du substrat ainsi que d'un logiciel permettant de générer des fichiers au format gdsii et de piloter le faisceau électronique.

Nous allons présenter dans un premier temps le fonctionnement de ce système, en présentant la colonne puis la stratégie d'insolation, ensuite nous décrirons l'interaction électrons/matière, et enfin nous terminerons avec des simulations de ces interactions qui nous permettront de mieux comprendre les enjeux de notre travail.

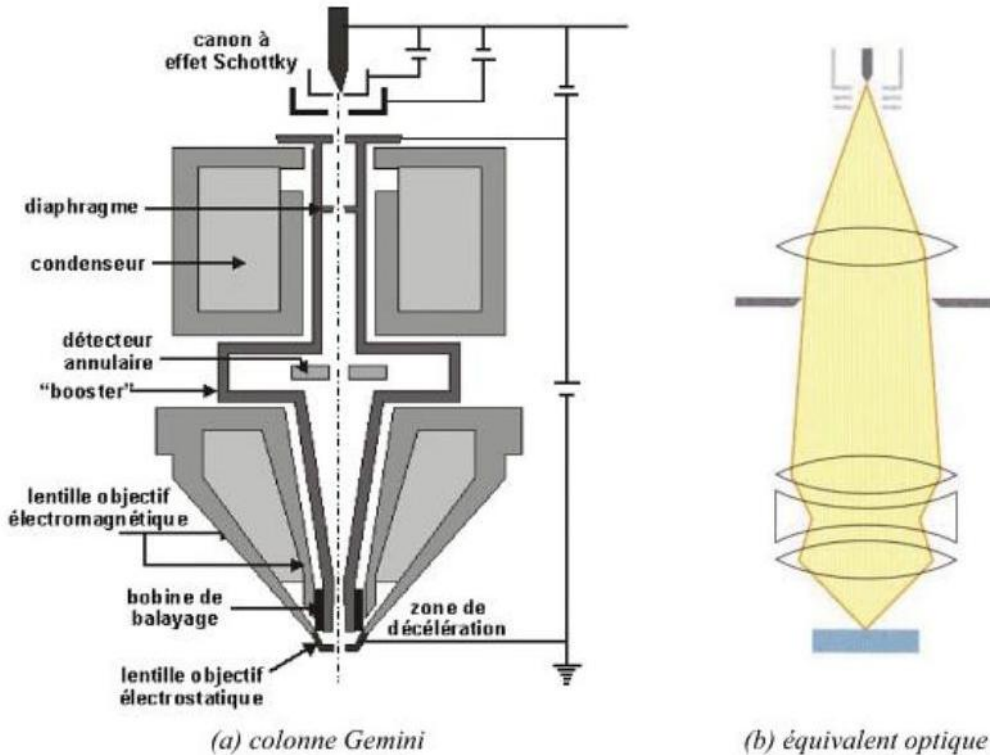


Figure 2-2 - Représentation schématique (a) et schéma équivalent optique (b) de la colonne de type Gemini équipant la station Raith e_Line [59].

I - 1 - La colonne électronique

La partie du système permettant de former le faisceau électronique est appelée la colonne. Cet élément, ainsi que la chambre où se trouve l'échantillon, est placé sous vide pour permettre la manipulation des électrons. Un schéma de la colonne équipant notre système est donné en Figure 2-2. Elle est composée d'une source électronique, de deux lentilles magnétiques et d'une lentille électrostatique, de bobines de balayage pour défléchir le faisceau, d'un effaceur de faisceau pour permettre de couper le faisceau, d'un stigmatiseur pour corriger l'astigmatisme, de diaphragmes pour permettre de mieux définir le faisceau et de systèmes de détection des électrons afin de former une image qui sera nécessaire à l'optimisation des réglages de la colonne, ainsi qu'au repérage éventuel de marques d'alignement.

I - 1 - 1 - La source électronique

Les électrons peuvent être émis à partir d'un matériau conducteur soit par chauffage, de manière à ce qu'ils atteignent une énergie supérieure à la barrière de potentiel (sources thermoïoniques), soit en appliquant un champ électrique suffisamment important pour qu'il y ait émission par effet tunnel [60] (sources à effet de champ). Les paramètres clefs sont la taille de la source virtuelle, sa brillance et la dispersion en énergie des électrons émis. Une source d'électrons est en général une combinaison de plusieurs électrodes, pour permettre le contrôle des propriétés d'émission comme le montre la Figure 2-3.

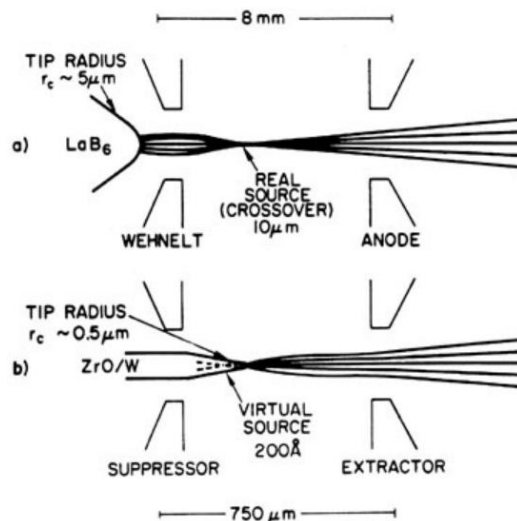


Figure 2-3 - Structure d'une source électronique thermoïonique (a) et à émission de champ (b) - L'anode et l'électrode extractrice sont portées à des potentiels positifs [60].

Le Tableau 2-1 résume les propriétés des sources les plus communes. Durant de nombreuses années, les sources à émission thermoïoniques de type filament de tungstène ou pointe LaB_6 ont été utilisées pour l'EBL, mais leur faible brillance ainsi que leur résolution modeste étant donnée la taille de la source virtuelle, ont conduit au développement de nouvelles sources, dites à effet de champ. Elles sont constituées d'une pointe en tungstène dont le rayon de courbure à l'extrémité est inférieur au micron. Cette pointe affinée aide à créer localement le champ nécessaire à l'émission. La station Raith e_Line est équipée d'une pointe chaude à effet de champ permettant d'obtenir une brillance élevée. Les cathodes froides, bien que plus brillantes, ont l'inconvénient majeur de ne pas être stables dans le temps (dérive de l'ordre de $20 \text{ \%} \cdot \text{h}^{-1}$), ce qui n'est pas un problème pour une utilisation en MEB, mais devient critique pour une utilisation en EBL. En effet, étant donné qu'une insolation homogène de la résine est recherchée, il faut que le courant d'émission soit parfaitement stable. La forte brillance des sources à émission de champ les rend par ailleurs particulièrement propices aux applications à basse énergie d'impact (par rapport aux sources thermoïoniques), c'est-à-dire inférieure à 5 keV ; nous verrons plus loin quelles peuvent être les applications des faibles énergies dans le cadre de l'EBL.

Type de source	Brillance ($\text{A} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sr}^{-1}$)	Taille de source	Dispersion en énergie (eV)	Vide requis (mbar)
W - thermoïonique	10^5	$25 \mu\text{m}$	2-3	10^{-6}
LaB_6 - thermoïonique	10^6	$10 \mu\text{m}$	2-3	10^{-8}
Cathode chaude à effet de champ	10^8	20 nm	0,9	10^{-9}
Cathode froide à effet de champ	10^9	5 nm	0,22	10^{-10}

Tableau 2-1 - Propriétés des sources électroniques généralement utilisées en MEB ou en EBL.

I - 1 - 2 - Les lentilles

Les électrons peuvent être focalisés soit par des lentilles magnétiques, soit par des lentilles électrostatiques. En général, les électrons sont focalisés par des lentilles magnétiques car elles présentent des aberrations plus faibles que les lentilles électrostatiques ; nous allons décrire ici leur mode de fonctionnement. Les lentilles électrostatiques seront présentées quant à elles dans le paragraphe concernant le fonctionnement d'une colonne FIB. Une lentille magnétique est formée de deux pièces polaires en matériau à perméabilité élevée, avec un bobinage en cuivre entre les deux. La force de Lorentz appliquée à l'électron est donnée par la relation $\vec{F}_L = -e\vec{v} \times \vec{B}$

avec \vec{v} la vitesse de la particule, e la charge de l'électron, et \vec{B} le champ magnétique. La Figure 2-4 représente schématiquement une coupe transversale selon l'axe optique d'une lentille magnétique, ainsi que les lignes de champ induites.

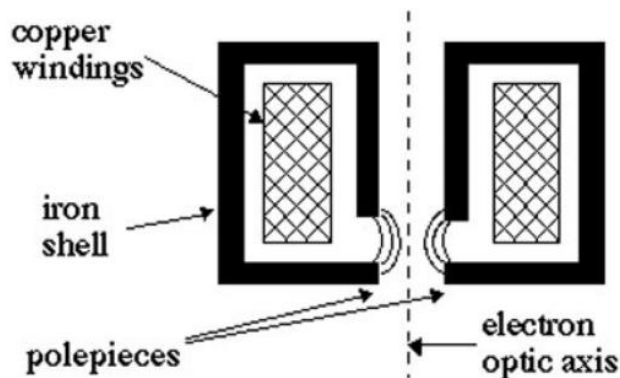


Figure 2-4 - Représentation schématique d'une lentille magnétique coupée selon son axe de symétrie.

Grâce à la Figure 2-2, on peut étudier plus en détail le fonctionnement de la colonne Gemini, composée des deux types de lentilles. Tout d'abord, les deux lentilles magnétiques ne constituent en fait qu'un seul étage de réduction, permettant d'obtenir une trajectoire sans *cross-over*^a qui sont générateurs de dispersion en énergie et donc d'aberrations chromatiques. Pour le travail à basse énergie, il est confortable, toujours pour des problèmes d'aberrations, de faire transiter les électrons à haute énergie dans la colonne, et de les décélérer simplement dans la partie basse : c'est le rôle de la lentille électrostatique. En ce qui concerne l'utilisation de cette colonne en tant que MEB à basse énergie, une solution consiste à placer un détecteur à l'intérieur de la colonne. Les électrons secondaires émis vont alors être accélérés par le champ électrique créé par la dernière lentille, et être détectés directement au sein de la colonne. C'est ce qu'on appelle les détecteurs *in lens*^b.

I - 1 - 3 - Les autres éléments de la colonne

Les diaphragmes sont de petits trous réalisés dans du métal, et par lesquels le faisceau transite. Leur fonction est double : définir l'angle de convergence du faisceau, afin de limiter les aberrations pour améliorer la résolution, et fixer le courant sonde. La colonne de la station Raith

^a Cross-over : image intermédiaire de la source

^b Détecteur *in lens* : détecteur placé à l'intérieur de la colonne

e_Line est équipée de 6 diaphragmes de dimension $7,5\text{ }\mu\text{m}$ à $120\text{ }\mu\text{m}$, permettant d'obtenir des courants de sonde électronique compris entre 5 pA et 20 nA.

Le système de déflexion de faisceau est utilisé pour couvrir une surface donnée du substrat. Il peut être magnétique ou électrostatique. Dans notre cas, la déflexion est magnétique et les bobines sont placées de telle sorte que les lignes de champ soient perpendiculaires à l'axe optique. Ces déflexions hors de l'axe introduisent des aberrations supplémentaires entraînant une détérioration de la taille de sonde, et une non-linéarité de la déflexion lorsque celle-ci augmente. Ces effets limitent le champ maximum sur lequel il est possible de travailler. On comprend également que les meilleures résolutions seront atteintes au centre du champ ou en utilisant des champs de petites tailles.

L'effaceur électrostatique de faisceau permet de défléchir le faisceau hors de l'axe optique. Le faisceau est ainsi effacé entre les différentes zones nécessitant d'être exposées. Il est critique que le faisceau soit toujours parfaitement centré sur l'axe optique lorsqu'il est rétabli. Cet élément est simplement constitué de deux plaques métalliques dont l'une est portée à un potentiel positif de façon à défléchir les électrons dans une cage de Faraday. Sa fréquence maximale de travail est de 2,6 MHz.

Pour terminer cette brève revue des éléments constituant la colonne, notons la présence d'un stigmatiseur qui est un type particulier de lentille permettant de compenser les imperfections de construction et d'alignement de la colonne. Ces imperfections donnent lieu à de l'astigmatisme, c'est-à-dire une déformation du spot électronique qui devient oblong, rendant l'insolation de la résine imparfaite. Le stigmatiseur est là pour compenser l'astigmatisme et ainsi rendre sa forme circulaire au spot.

I - 1 - 4 - Le détecteur d'électrons secondaires de type Everhart-Thornley

Il n'est pas possible de terminer cette partie sans présenter le détecteur de type Everhart-Thornley, qui permet de réaliser des images en collectant les électrons secondaires, que les atomes soient excités par un faisceau électronique (MEB) ou par un faisceau ionique (FIB). C'est grâce à ce type de détecteur que toutes les images présentées dans les chapitres suivants ont été réalisées. Comme le montre la Figure 2-5, ce détecteur capte les électrons émis par l'échantillon sous l'impact des électrons incidents et convertit chaque électron secondaire en plusieurs millions de charges électroniques disponibles en sortie du détecteur [55]. Il est composé d'un espace d'accélération (tension positive de l'ordre de 250 V) qui amplifie l'énergie des électrons et les attire vers un scintillateur qui convertit les électrons en photons (phénomène de fluorescence). Les photons transitent ensuite via un guide de lumière jusqu'à un photomultiplicateur qui

convertit les photons en électrons (phénomène photoélectrique) et multiplie les électrons. La charge électrique présente en sortie est ensuite détectée par un amplificateur électronique.

Les électrons secondaires possèdent une faible énergie, ils ne proviennent donc que de l'extrême surface de l'échantillon : l'information récoltée est ainsi de type topographique. De plus, le détecteur étant généralement placé sur un côté de la chambre (ce qui n'est pas vrai pour le détecteur *in-lens*), l'effet d'ombrage permet d'apporter une impression de relief aux images obtenues.

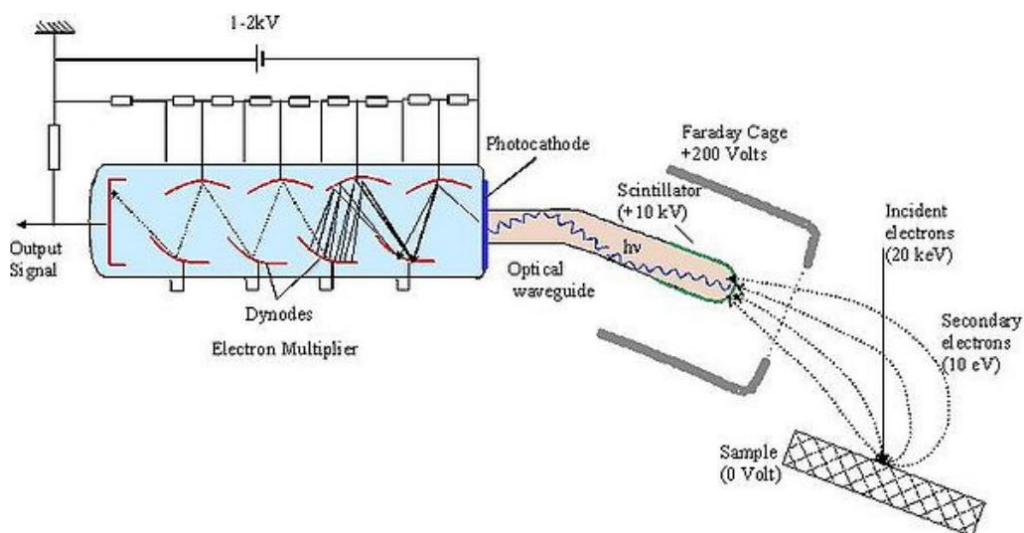


Figure 2-5 - Représentation schématique du détecteur de type Everhart-Thornley.

I - 1 - 5 - Conclusion

Nous venons de décrire rapidement la constitution de la colonne électronique de la station Raith e_Line, dont les principales caractéristiques sont rappelées dans le Tableau 2-2. Nous allons maintenant nous attacher à présenter le fonctionnement général de cette station.

Type de filament	Cathode chaude à effet de champ
Taille de spot	< 2 nm @ 20 keV
Plage de tension d'accélération	200 V – 30 kV
Plage de courant	5 pA – 20 nA
Densité de courant	> 7500 A.cm ⁻²
Stabilité du courant	< 0,5 %.h ⁻¹

Tableau 2-2 - Principales caractéristiques de la colonne électronique de la station Raith e_Line.

I - 2 - Architecture générale

La fonction d'un système de lithographie électronique est de délivrer de manière répétable et contrôlée les électrons à la surface d'un polymère électrosensible, en suivant un schéma de conception préalablement défini par CAO. En effet, ce polymère a besoin d'une certaine quantité d'électrons, appelée dose et exprimée en $\mu C.cm^{-2}$, pour être modifié afin de réagir lors de l'étape de développement. Nous allons présenter ici la façon dont cette quantité d'électrons est délivrée, et comment elle permet de modifier le polymère pour le rendre sensible à l'étape de développement.

I - 2 - 1 - Stratégies d'exposition

Les différents constructeurs de systèmes d'EBL proposent des stratégies d'exposition distinctes, fonctions de l'application visée, et également du budget affecté à l'achat. Le Tableau 2-3 récapitule les trois stratégies les plus utilisées en EBL. Etec utilise un faisceau gaussien qui effectue en permanence un balayage *trame* tandis que la platine se déplace pour que toute la surface du substrat soit couverte. Le faisceau est effacé lorsqu'on ne désire pas insoler le substrat. Vistec utilise pour sa part un faisceau formé à l'aide de diaphragmes dédiés. Raith et Vistec ont en commun de fixer la position de la platine lors de l'exposition dans un champ donné, et de déplacer ensuite la platine pour atteindre le champ suivant. Enfin, Raith utilise un simple faisceau gaussien défléchi dans le champ. La complexité de la colonne Vistec rend son budget élevé (> 2 millions d'euros, comparé à un budget de l'ordre de 750.000 euros pour un Raith e_Line). Les systèmes proposés par Etec et Vistec, équipés de colonnes électroniques dédiées délivrant de fortes densités de courant et équipés de systèmes de déflexion électrostatiques (par opposition aux systèmes Raith équipés de colonnes MEB classiques), sont également appelés masqueurs électroniques car ils permettent de produire des masques de haute résolution pour la lithographie UV.

Constructeurs	Faisceau	Mode de balayage du faisceau	Platine
Raith	Gaussien	Vecteur	Fixe
Etec	Gaussien	Trame	Mobile
Vistec	Formé	--	Fixe

Tableau 2-3 – Les différentes stratégies d'exposition utilisées par trois fabricants de stations de lithographie électronique.

Revenons plus en détail sur la stratégie adoptée par Raith, présentée sur la Figure 2-6. Pour réaliser à la surface du substrat une série de cellules contenant chacune une structure identique ou différente, on définit préalablement leur position. Ensuite, chaque zone à insoler est divisée en autant de champs d'écriture que nécessaire, dont la taille a été définie en fonction de la résolution souhaitée. La platine va ensuite se déplacer au premier champ d'écriture, s'immobiliser pour permettre au faisceau d'insoler les zones prédéfinies sur le fichier au format gdsii (le faisceau étant effacé entre chaque zone), et se déplacer sur le champ suivant en répétant la même opération.

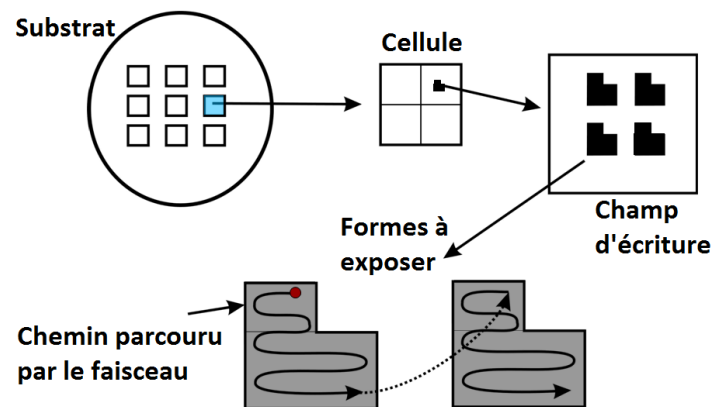


Figure 2-6 – Stratégie d'exposition des systèmes Raith : faisceau gaussien, balayage selon un vecteur, platine fixe.

Cette stratégie permet d'obtenir une vitesse d'écriture élevée pour des motifs épars, et de faire varier facilement la dose d'insolation d'un motif à un autre. En revanche, le temps d'établissement du faisceau doit être parfaitement géré, et les phénomènes d'hystérésis évités. Les temps d'écriture sont relativement longs, étant donnés :

- les faibles densités de courant disponibles,
- le temps affecté au mouvement et au temps d'établissement de la platine,
- le temps affecté au temps d'établissement du faisceau (déflexion électrostatique),
- les champs de faibles dimensions généralement accessibles.

Par conséquent, ceci en fait un outil dédié à la nanolithographie pour la recherche. Afin d'être capable de se déplacer sur l'échantillon et d'offrir une juxtaposition des champs la plus parfaite possible, il existe différents systèmes de coordonnées et des routines permettant de calibrer les champs. Leur description est l'objet de la partie suivante.

I - 2 - 2 - Systèmes de coordonnées et calibrage des tailles de champs

Le logiciel équipant la station Raith e_Line permet d'effectuer différentes tâches : la définition des schémas de conception au format gdsii, la gestion du faisceau et de la platine pour permettre une exposition selon la stratégie décrite dans le paragraphe précédent et la définition (coordonnées, calibrage) des champs d'exposition utilisés. La taille de champ est inversement proportionnelle au grandissement de la colonne électronique, par exemple un champ de 100 μm est obtenu pour un grandissement de 1000 X.

La Figure 2-7 offre une vue globale des différents systèmes de coordonnées. La référence est les coordonnées du substrat (U;V). Trois transformations, gérées par le logiciel, permettent d'établir la relation entre les coordonnées de la platine (x;y), celles du schéma de conception (u;v), et les facteurs de correction du champ d'écriture.

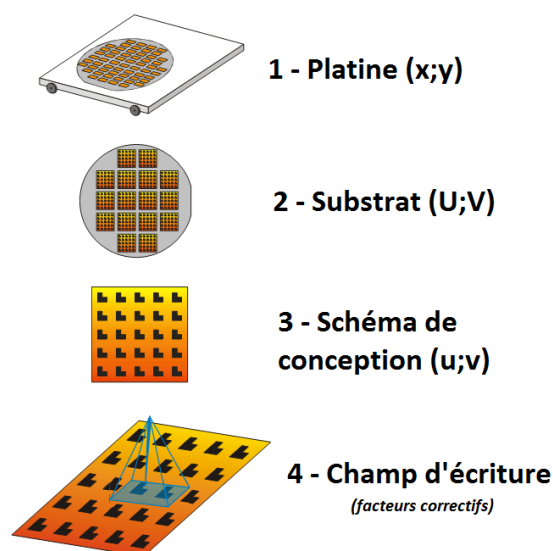


Figure 2-7 - Les différents systèmes de coordonnées utilisés par le logiciel de la station Raith e_Line [61].

La transformation de 1 vers 2 s'effectue en utilisant une ou plusieurs références, par exemple le méplat pour une plaque, ou des marques d'alignement réalisées sur le substrat lors d'une étape de lithographie précédente. La transformation de 2 vers 3 s'effectue grâce au logiciel, en introduisant un décalage ($du;dv$) entre les deux systèmes de coordonnées. Enfin, la Figure 2-8 permet de mieux comprendre l'intérêt du calcul des facteurs correctifs (calibrage), qui autorise le raccord de champs avec une haute précision. Le logiciel propose des routines permettant de calibrer les champs, en utilisant la platine interférométrique comme référence (résolution numérique égale à

2 nm). La procédure consiste dans un premier temps à imager un détail au centre du champ. Ensuite, la platine (et donc ledit détail) se déplace dans les coins du champ et le faisceau est défléchi à l'endroit où la particule devrait être. La différence entre l'endroit où se trouve la particule et l'endroit où elle devrait se trouver est mesurée en trois points, et ainsi des facteurs correctifs de zoom, de rotation et de décalage sont calculés. Le déplacement du faisceau est ainsi parfaitement corrélé au mouvement de la platine, et il est possible d'effectuer des raccords de champs avec une précision inférieure à 60 nm pour des champs de 100 μm . Pour plus de précision, les facteurs correctifs doivent être recalculés à chaque nouvelle insolation, et a fortiori dès qu'un des paramètres de colonne est modifié. Il est également indispensable de réaliser ce calibrage même lorsque la cellule ne comporte qu'un champ, si l'on souhaite une grande précision sur les dimensions.

Dans notre cas, c'est-à-dire la fabrication de dispositifs à OES, une grande attention sera portée sur le calibrage de champ car :

- les dimensions dans le champ sont critiques puisque c'est la période des peignes interdigités qui fixe la fréquence de résonance du dispositif,
- l'erreur au niveau du raccord de champs, même limitée à 60 nm, peut se révéler néfaste au bon fonctionnement du dispositif surtout pour des problèmes de continuité de phase.

Le logiciel permet également de gérer l'alignement niveau à niveau, c'est-à-dire la superposition d'un niveau de lithographie électronique avec un niveau réalisé lors d'une étape précédente. Pour une grande précision d'alignement, les croix de repérage doivent être placées dans le champ d'écriture. Dans ces conditions, il est possible d'obtenir une précision de 60 nm pour des champs de 100 μm .

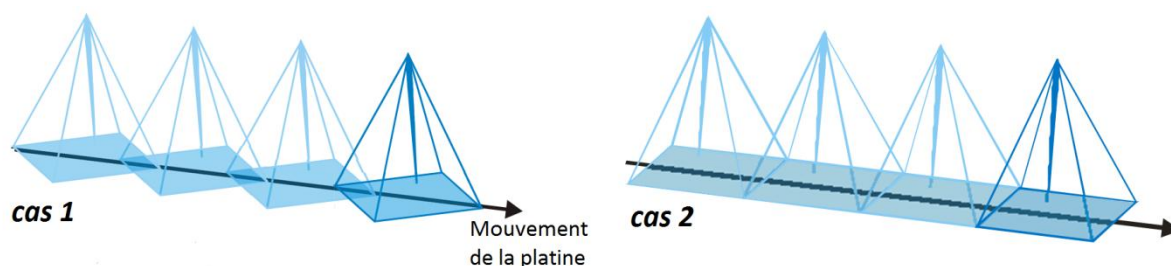


Figure 2-8 – Cas 1 : Pas de calibrage du champ d'écriture, raccord de champ de mauvaise qualité (superposition des champs, rotation des champs par rapport au mouvement de la platine) – Cas 2 : Le calibrage du champ autorise le raccord de champ avec une grande précision.

Un autre mode d'écriture est disponible sur cette station, il s'agit du FBMS pour « Fixed Beam Moving Stage ». Ce mode est particulièrement adapté à l'écriture de longues lignes (plusieurs

centimètres) sans raccord de champ. Le fonctionnement est le suivant : le faisceau décrit un cercle dans un champ de petite taille et jouit donc d'une haute résolution couplée à une bonne résolution de placement, tandis que la platine se déplace de manière à former la ligne attendue. Le mouvement du faisceau est asservi en fonction de la vitesse de la platine afin d'offrir une dose constante même lors des phases d'accélération et de décélération de la platine. Outre le fait que ce mode d'écriture particulier n'est supporté que par le logiciel de la station, d'autres limitations sont liées à ce mode comme par exemple la vitesse de la platine limitée à 2 mm.s⁻¹.

I - 2 - 3 - Les conditions d'insolation

Le but de cette partie n'est pas de lister les nombreux paramètres entrant en jeu lors d'une insolation, mais de présenter ceux permettant d'en avoir une compréhension globale. Comme nous l'avons vu précédemment, le système Raith e_Line utilise un faisceau gaussien qui se déplace à l'intérieur des structures à insoler le long de lignes, comme le montre la Figure 2-9. Dans le cas d'une résine positive (PMMA par exemple), une certaine quantité d'électrons doit arriver à sa surface pour permettre de casser la chaîne polymère en fragments, qui seront dissouts lors de l'étape de développement. Cette quantité d'électrons est appelée *dose*, elle est définie comme suit :

$$dose = \frac{I_{faisceau} \cdot t}{s^2}$$

avec $I_{faisceau}$ le courant sonde, t le temps de maintien du faisceau sur chaque point élémentaire et s (*stepsize*) la distance entre chaque point élémentaire.

Le courant sonde est défini par les paramètres de colonne (diaphragme, tension d'accélération...), la dose par le procédé (type de polymère, développeur, température...) et la période entre chaque point ainsi que le temps de maintien par l'utilisateur, en fonction du résultat attendu. La Figure 2-9 permet également d'évaluer l'importance du choix de la distance entre chaque point. Un pas élevé va engendrer une rugosité de bord de motifs élevée, tandis qu'un pas de petite dimension va permettre de diminuer cette rugosité. La taille de la sonde électronique va influencer le choix du pas, un diaphragme de grande dimension donnant une sonde de plus grande dimension. Ainsi, des lignes de haute résolution avec une faible rugosité seront obtenues avec une faible période (et un $I_{faisceau}$ faible), tandis que des motifs de grande dimension seront obtenus en augmentant la vitesse d'insolation : période élevée, temps de maintien faible ($I_{faisceau}$ élevé).

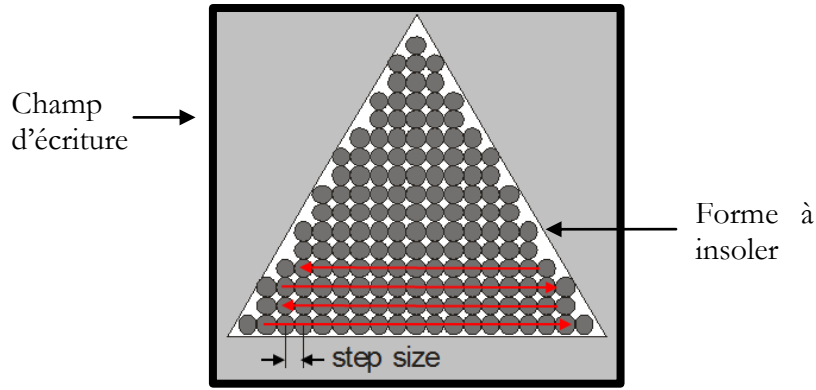


Figure 2-9 – Stratégie d'écriture à l'intérieur d'un champ, définition du pas de faisceau (stepsize).

Les formes à insoler sont définies dans un fichier au format gdsii, et la taille de champ est choisie en fonction de la résolution souhaitée. Le logiciel génère ensuite, de manière automatique, le parcours de la platine (de champ en champ) et du faisceau (à l'intérieur d'un champ). La résolution de placement dans le champ est codée sur 16 bits, permettant par exemple un placement à 1,5 nm près dans un champ de 100 μm . Le temps d'exposition est quant à lui défini à 10 ns près.

I - 3 - Interaction électrons/matière, effets de proximité

Les systèmes d'EBL sont en général capables de former des faisceaux électroniques très fins, dont la longueur d'onde théorique est de l'ordre de quelques picomètres, éliminant ainsi les problèmes liés à la diffraction. Toutefois, les choses deviennent plus complexes lorsque les électrons entrent en contact avec la résine. Ils sont alors sujets à deux phénomènes qui vont modifier leur trajectoire, la diffusion (angles faibles), et la rétrodiffusion (angles élevés). Ce dernier phénomène est responsable de ce qu'on appelle les effets de proximité. La diffusion et la rétrodiffusion se traduisent d'une part par un élargissement de la zone insolée par rapport à la zone définie sur le schéma de conception, et d'autre part par une augmentation de la dose réellement reçue dans une zone donnée, lorsque celle-ci a dans son environnement proche d'autres zones insolées. La Figure 2-10 montre deux simulations représentant la diffusion des électrons dans une résine PMMA déposée sur un substrat de silicium, dont le profil peut être typiquement modélisé par une double gaussienne dont l'expression est donnée ci-dessous [62] :

$$f(r) = \frac{1}{\pi(1+\eta)} \left[\frac{1}{\alpha^2} \exp\left(\frac{-r^2}{\alpha^2}\right) + \frac{\eta}{\beta^2} \exp\left(\frac{-r^2}{\beta^2}\right) \right]$$

en notant r la distance au point d'impact. La première gaussienne, en α , rend compte de la diffusion et la seconde en β décrit la distribution des électrons rétrodiffusés. η est le rapport entre la diffusion et la rétrodiffusion. α et β sont généralement donnés en μm ($\beta \gg \alpha$), tandis que η est un rapport (sans unité) pouvant être supérieur ou inférieur à 1.

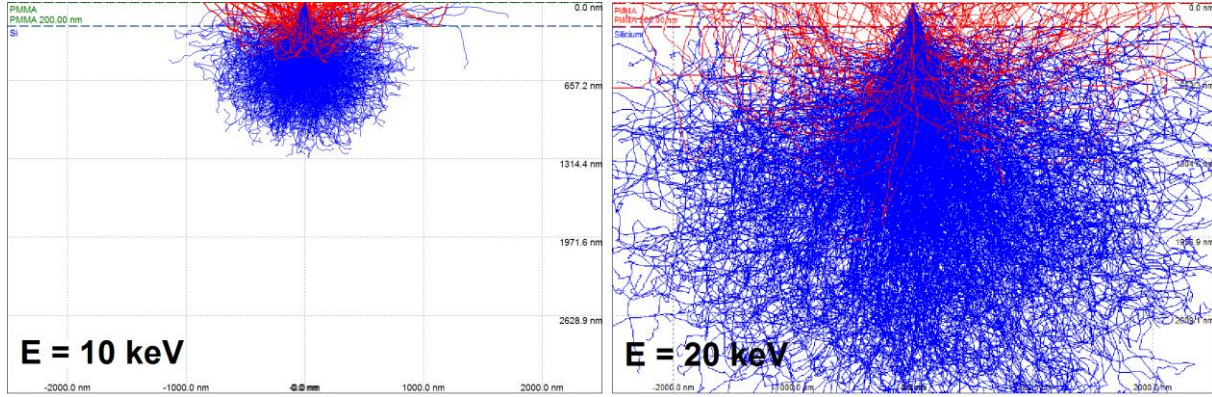


Figure 2-10 – Simulations de la diffusion des électrons dans de la résine PMMA réalisées grâce au logiciel Casino pour deux valeurs d'énergie du faisceau incident. La couche de PMMA mesure 200 nm d'épaisseur, la fenêtre d'affichage mesure 5 μm de large et 3,3 μm de haut dans les 2 cas.

De manière plus précise, la diffusion des électrons est responsable d'un élargissement du profil de la zone insolée dans la partie basse de la résine, comparé à la partie haute. Le diamètre efficace du faisceau électronique est donnée en première approximation par la formule [63]:

$$d_f = 0,9 \left(\frac{E_r}{HT} \right)^{1,5}$$

avec d_f le diamètre de faisceau efficace en nm, E_r l'épaisseur de résine en nm et HT la tension d'accélération des électrons en kV. La diffusion est minimisée en utilisant une résine d'épaisseur aussi fine que possible, et en utilisant une tension d'accélération élevée. Concernant les électrons rétrodiffusés, leur trajectoire peut les conduire de nouveau à l'intérieur de la résine, à une distance non négligeable du point d'impact initial du faisceau, générant les effets de proximité. La portée de ces électrons dépend à la fois du type de substrat et de l'énergie du faisceau incident. Cet effet est minimisé en diminuant l'énergie des électrons et en utilisant des substrats avec un numéro atomique faible. Par exemple, la fraction d'électrons rétrodiffusés varie de 17 % pour le silicium à 50 % pour l'or. Enfin, la majeure partie de l'énergie des électrons diffusés ou rétrodiffusés est dissipée sous forme d'électrons secondaires dont l'énergie est de quelques dizaines d'eV. Ces derniers sont principalement responsables de l'insolation de la résine. Bien que leur participation

à l'élargissement de la zone insolée soit faible (de l'ordre de 10 nm), ils fixent la résolution minimale pratique atteignable en EBL, à savoir 10 à 20 nm.

De nombreux travaux ont été consacrés à la limitation de ces effets de proximité [64,65,66]. Ils peuvent reposer par exemple sur l'utilisation de résines à fort contraste. Un autre exemple est l'emploi de structures à deux niveaux de résine, dont seule la première (de fine épaisseur) est sensible aux électrons et qui sert de masque de gravure pour le deuxième niveau (plus épais), permettant de limiter la diffusion. L'utilisation de tensions d'accélération très faibles, pour lesquelles la portée des électrons est plus petite que la taille du motif à transférer, permet également de limiter grandement les effets de proximité. A l'inverse, des tensions d'accélération très élevées (50 kV à 100 kV, non applicable sur la station Raith e_Line limitée à 30 kV), peuvent permettre de limiter très fortement la diffusion, bien que souvent elles augmentent le phénomène de rétrodiffusion. De même, la simulation et la correction des effets de proximité a été le sujet de nombreux travaux de recherche. La manière la plus commune est de moduler la dose à l'intérieur de la forme à insoler. Pour cela, différents types de logiciels ont été développés ([67,68], logiciel PROXECO distribué par Vistec, logiciel PEC fourni par défaut sur les systèmes Raith...), dans lesquels les formes sont divisées en parties élémentaires, et pour lesquels l'effet de la dose déposée sur une zone de résine est simulé en fonction de la dose apportée sur les zones voisines.

La correction des effets de proximité, finalement assez lourde à mettre en place, est pertinente pour des dispositifs comprenant à la fois, dans leur schéma de conception, de larges zones à insoler assez proches de zones nécessitant une haute résolution. Elle est de plus gourmande en temps d'exposition sur une station du type gaussien car elle multiplie les temps d'établissement de faisceau sur chaque partie élémentaire. Dans notre cas, à savoir les structures à peignes interdigués, toutes les électrodes ont la même dimension, et du fait de la périodicité, la dose vue par chacune d'entre elles est quasi uniforme, sauf en quelques points particuliers comme les derniers doigts du miroir qui n'ont de voisins que d'un seul côté. Nous avons donc pris la décision de ne pas utiliser de logiciels de correction des effets de proximité, et de moduler de manière empirique la dose et la valeur de bias^a de manière à obtenir des électrodes de dimension voulue.

Un autre phénomène va être mis en jeu lors du bombardement électronique, il s'agit de l'effet électrique. Lorsque les électrons frappent un métal, ils s'ajoutent aux électrons libres du matériau et sont évacués par conduction si le métal est relié à la masse. Pour un semi-conducteur, les collisions avec les électrons de la bande de valence produisent des paires électrons-trous ; soit les électrons atteignent la bande de valence, soit ils sont libres de quitter le matériau par conduction.

^a Bias : valeur (positive ou négative) ajoutée aux dimensions du schéma de conception – opération réalisée au moment de la conception du fichier gdsii, permettant de prendre en compte les effets de diffusion et de rétrodiffusion des électrons

Pour les isolants, aucun porteur libre n'est créé si bien que le matériau bombardé se charge en créant un champ électrique local qui perturbe la trajectoire des électrons primaires. Il devient impossible de transférer une image dans la résine. Des recherches ont lieu pour améliorer l'écriture notamment en modifiant les stratégies [69] mais en général on permet l'évacuation des charges en déposant un film conducteur en surface, de quelques nanomètres d'épaisseur. Ce peut être une couche métallique ou un liquide contenant des particules conductrices comme la solution Espacer distribuée par Showa Denko [70].

I - 4 - Simulation de l'interaction électrons/matière dans le cas de la résine PMMA

Parmi le panel de résines positives existant (PMMA, ZEP, EBR-9...), nous avons choisi d'utiliser le PMMA. En effet, bien que connue depuis plusieurs années [58], cette résine reste aujourd'hui encore la résine la plus utilisée car elle permet de travailler à haute résolution (jusqu'à 10 nm [71]) avec un contraste élevé. La dégradation sous bombardement électronique des chaînes polymères la composant (voir Figure 2-11), conduit à leur dissolution lors de l'étape de développement. Le développeur associé est en général le MIBK. Utilisé seul, il est trop puissant et peut dissoudre des parties non exposées de résine, c'est pourquoi il est souvent mélangé avec un développeur moins puissant, l'IPA. Un ratio entre le MIBK et l'IPA de 1 volume pour 3 volumes permet d'obtenir un contraste élevé.

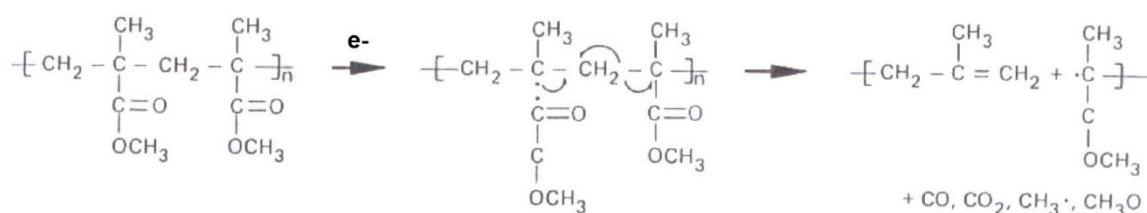


Figure 2-11 – Réaction induite par le faisceau d'électrons à l'intérieur de la chaîne polymère de PMMA, conduisant à la dégradation des liaisons afin de permettre une dissolution des zones insolées dans le développeur MIBK.

Les inconvénients liés à cette résine sont sa faible sensibilité ($200 \mu\text{C.cm}^{-2}$ à 20 keV) comparée à d'autres résines ($20 \mu\text{C.cm}^{-2}$ à 20 keV pour la ZEP520A par exemple). De ceci découle une vitesse d'insolation plus longue, mais qui n'est pas rédhibitoire pour notre application. D'autre

part, elle ne jouit pas d'une bonne sélectivité de gravure lorsqu'elle est utilisée en tant que masque de gravure, mais ceci n'entre pas en considération dans notre cas. En effet, n'ayant pas à notre disposition de moyen de gravure sèche des métaux, seul capable de définir des électrodes avec des résolution sub-micrométriques par voie directe (réalisation d'un masque puis gravure plasma), nous nous sommes naturellement tournés vers une solution dite de *lift-off*. La résine PMMA est en général distribuée avec deux poids moléculaires, 495K et 950K. L'utilisation combinée des deux résines conduit à l'obtention d'un profil propice au *lift-off* [44], comme le montre la Figure 2-12 (cas 1). D'autres solutions de type bicouche permettent d'obtenir ce type de profil, comme l'utilisation d'un copolymère [72] ou d'une résine de type LOR/PMGI [73].

Dans le cadre de nos travaux, nous allons mettre en œuvre une autre méthode pour obtenir ce profil permettant au solvant de dissoudre la résine dans des conditions optimales, mises en évidence par Hatzakis [74]. Nous avons vu dans la partie précédente comment essayer d'éviter les effets de diffusion des électrons, nous allons ici utiliser ce phénomène afin de créer ce profil. En effet, en jouant sur l'énergie des électrons, il est possible de définir à l'intérieur de la résine un angle de diffusion, comme illustré sur la Figure 2-12 (cas 2). De plus, l'utilisation d'un procédé basé sur l'utilisation d'une seule couche de résine est plus simple à mettre en œuvre et sera ainsi plus intéressant dans notre cas, étant donné le grand nombre de substrats à tester.

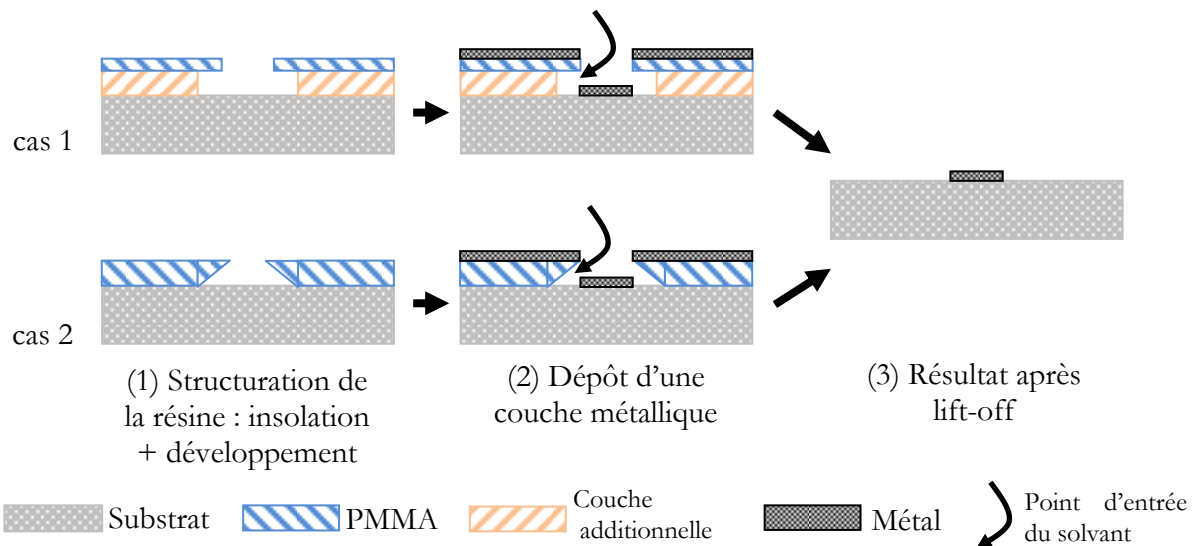


Figure 2-12 -Schémas représentant deux types de configurations propices au *lift-off* – cas 1 : solution de type bicouche – cas 2 : utilisation de la diffusion des électrons pour former le profil adéquat.

On considère en général qu'il faut un rapport de 50% entre l'épaisseur de résine et l'épaisseur de métal que l'on désire déposer. Nous visons des épaisseurs d'aluminium comprises entre 50 et 100 nm, le PMMA 950 A4 de Microchem qui permet d'obtenir des épaisseurs comprises entre

200 et 400 nm [75] a donc été choisi. Il s'agit d'un polymère de poids moléculaire $MW = 950\text{ K}$ dilué à 4 % en poids dans de l'anisole.

Le but est d'étudier son comportement sous bombardement électronique au travers de simulations, grâce au logiciel Casino développé par Drouin *et al.* [76,77]. Nous allons tout d'abord mettre en évidence le comportement de la résine sur substrat de silicium en comparant simulation et expérience. En effet, le silicium, suffisamment conducteur pour permettre de travailler sans couche conductrice, est de plus facile à cliver pour observer le profil des flancs de la résine, ce qui conduit à un temps de mise en œuvre limité, et une certaine facilité pour la caractérisation. Nous nous intéresserons ensuite au cas réel, à savoir une couche de PMMA déposée sur substrat piézoélectrique.

Le logiciel Casino est un logiciel convivial simulant, grâce à la méthode de Monte-Carlo, la trajectoire des électrons à l'intérieur du solide. Une fois le calcul effectué, le logiciel permet d'extraire différentes informations qui découlent du calcul initial. Par exemple, il est possible de connaître la distribution en profondeur des électrons, ou encore la zone d'où proviennent les électrons rétrodiffusés. Dans notre cas, ce qui nous intéresse en premier lieu est la distribution en énergie en fonction de la position dans le matériau, qui est un résultat très utile pour estimer l'allure du profil obtenu dans la résine après insolation et développement. Pour cela, le logiciel fournit un graphe sur lequel sont tracées des lignes qui indiquent, en pourcentage, la quantité d'énergie contenue à l'intérieur. Par exemple, une ligne « 10 % » est la limite d'une zone qui contient 90 % de l'énergie absorbée. Les simulations ont été effectuées en utilisant les paramètres suivants : une couche de PMMA de 250 nm d'épaisseur est déposée à la surface du substrat considéré comme infini. La simulation est réalisée à partir d'un million d'électrons focalisés dans un spot de 5 nm à la surface de la résine.

I - 4 - 1 - Validation du procédé par comparaison théorie/expérience dans le cas d'une couche de PMMA déposée sur substrat de silicium

Nous avons dans un premier temps effectué une série de simulations illustrées par des expériences faciles à mettre en œuvre, ceci afin de valider sur le système Raith e_Line et avec la résine PMMA A4 l'effet attendu. Les paramètres utilisés lors de la simulation ont été explicités plus haut, et les paramètres expérimentaux sont les suivants : une couche de 250 nm de PMMA est couchée sur un substrat de $2,25\text{ cm}^2$ de silicium. Après recuit (180°C , 10 min), l'insolation de la résine est effectuée avec différentes énergies de faisceau (le diaphragme étant fixé à $10\text{ }\mu\text{m}$). Le fichier de conception contient des lignes de largeur/période $500\text{ nm}/1\text{ }\mu\text{m}$ et de longueur 5 mm, afin de pouvoir les cliver facilement. Le développement s'effectue dans un bain de MIBK:IPA

(ratio 1:3) pendant 45 s. La simulation montre que pour des énergies inférieures à 4 keV, les électrons n'ont pas suffisamment d'énergie pour traverser entièrement la couche de PMMA. Les énergies testées sont ainsi 4, 7, 10 et 15 keV, et les résultats pour deux énergies (4 keV et 10 keV) sont présentés sur la Figure 2-13. Les simulations et expériences montrent qu'il est possible d'obtenir un profil propice au *lift-off*, même si les résultats diffèrent un peu. Les résultats pour les énergies 7, 10 et 15 keV sont assez similaires, le retrait de la résine au niveau du substrat étant simulé à 40 nm et mesuré expérimentalement à 90 nm. Le comportement pour une énergie de 4 keV est quant à lui un peu différent, avec un retrait simulé à 70 nm et mesuré à 100 nm. En fait, la différence entre théorie et expérience s'explique par le fait que dans le cas réel, la dose influe également sur la valeur de retrait mesurée. En effet, pour avoir un fond de tranchée propre, il faut surexposer légèrement ce qui conduit à un retrait plus important. Ainsi, la première conclusion que l'on peut faire est que la simulation sous-estime la valeur de retrait de 50 nm. Ces expériences permettent également de mettre en évidence le fait que la dose nécessaire à l'insolation de la résine est fonction de l'énergie. En effet, à 4keV, quasi toute l'énergie apportée par le faisceau est déposée dans la résine, la dose nécessaire est alors de $100 \mu\text{C.cm}^{-2}$. Lorsque l'énergie augmente, la part déposée dans le substrat augmente, et il faut alors augmenter la dose pour obtenir un développement correct. Ainsi, les doses nécessaires pour les énergies 7, 10 et 15 keV sont respectivement 120, 180 et $290 \mu\text{C.cm}^{-2}$.

La Figure 2-14 illustre une étape de *lift-off* telle qu'elle se déroule lors de l'utilisation d'une résine dont le profil a été optimisé grâce à la diffusion des électrons. Après développement, le métal (dans ce cas de l'aluminium) est déposé par évaporation sous vide puis l'échantillon est plongé dans un bain de solvant qui dissout la résine afin d'obtenir les lignes en aluminium.

Ces quelques expériences nous ont permis de valider le procédé que nous comptons mettre en place pour la fabrication des électrodes. Nous avons également constaté que les simulations effectuées par le logiciel Casino permettent de bien appréhender le comportement de la résine, notamment l'évaluation de l'allure du retrait nécessaire au bon déroulement du *lift-off*, même si elles sous-estiment la valeur de retrait de 50 nm environ.

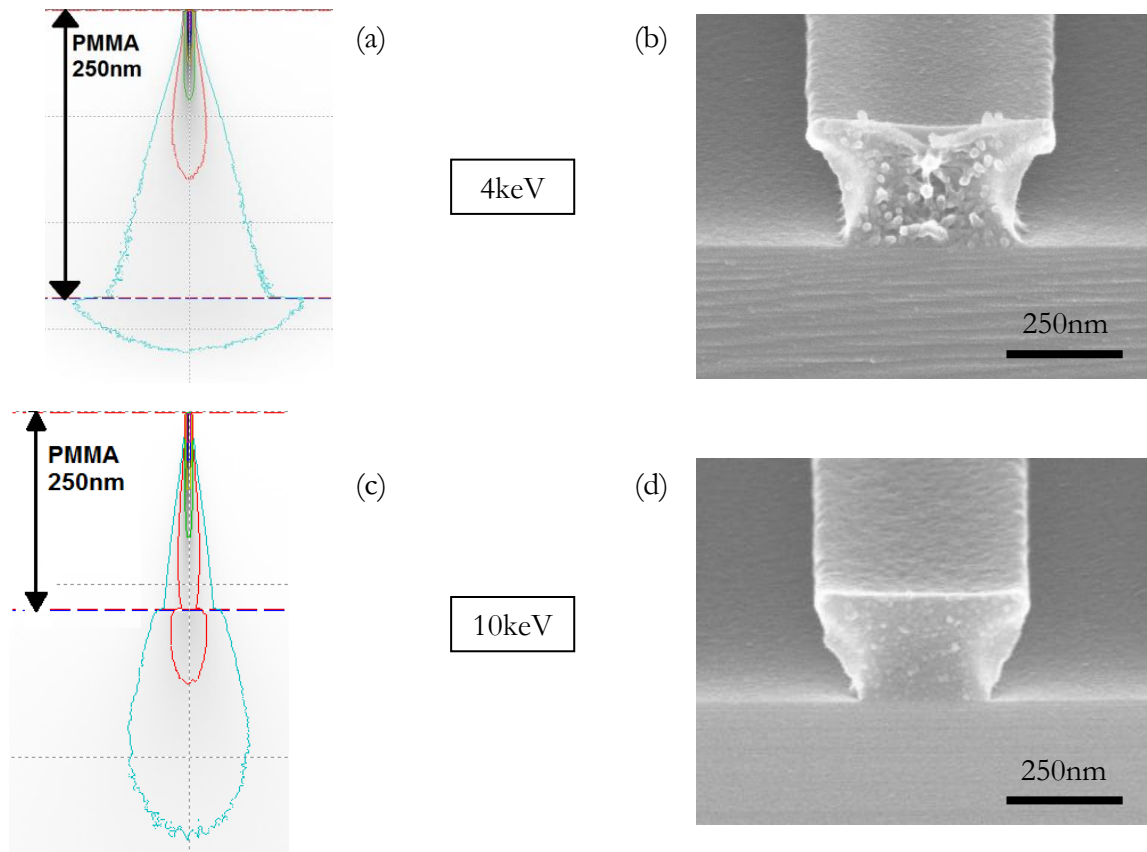


Figure 2-13 – Comparaison théorie/expérience lors de l'insolation de la résine PMMA sur substrat de silicium. Les courbes de distribution en énergie (a) et (c) ont été obtenues grâce au logiciel Casino, les images (b) et (d) ont été réalisées par MEB, échantillon incliné à 70°. Les images (a) et (b) correspondent à une énergie de 4 keV et les images (c) et (d) à 10 keV.

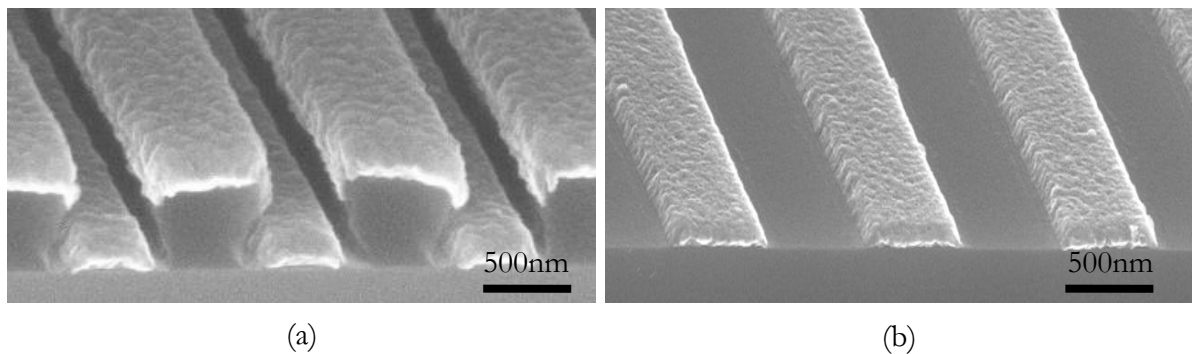


Figure 2-14 – Illustration d'une étape de *lift-off* avec une résine ayant un profil adéquat grâce à des images MEB réalisées avec un angle de visualisation de 65° : après développement, le dépôt d'aluminium est réalisé par évaporation sous vide (a) puis l'échantillon est plongé dans un bain de solvant qui va dissoudre la résine (b).

I - 4 - 2 - Simulation dans le cas réel : empilement couche conductrice / PMMA / substrat

Les substrats utilisés dans le cadre de cette thèse sont tous isolants du point de vue électrique, c'est pourquoi il est nécessaire d'ajouter une couche conductrice à la surface du PMMA pour évacuer les charges. Sachant que nous voulons travailler avec des énergies faibles, le choix s'est porté sur une couche de 10 nm de chrome car ce matériau permet d'obtenir une couche à la granulométrie très fine qui devrait permettre de ne pas perturber le faisceau incident. Différentes simulations ont été menées pour étudier l'impact du substrat, mais celui-ci ne semble pas jouer un rôle prépondérant dans le résultat. Nous avons choisi de traiter ici le matériau avec lequel nous allons préférentiellement travaillé, à savoir le ZnO. Etant donnés les résultats obtenus dans la partie précédente, nous allons nous baser sur les résultats des simulations qui seront présentées afin d'effectuer le choix de l'énergie de faisceau. De toute manière, chaque échantillon reçu étant unique, nous ne pouvons pas le cliver pour espérer observer le profil de la résine. De plus, certains de ces échantillons étant de petite taille et comportant une couche de diamant, voire étant constitués d'une couche de diamant autosupportée, l'étape de clivage aurait été plus que délicate à mettre en œuvre.

La première constatation que l'on peut faire en visualisant la Figure 2-15 est que la couche de Cr joue un rôle important dans la propagation des électrons. Pour des énergies inférieures à 15 keV, les électrons n'ont pas suffisamment d'énergie pour traverser la couche de chrome et insoler la totalité de l'épaisseur de PMMA. Pour une énergie de 15 keV, les électrons traversent le PMMA mais d'après la simulation leur énergie n'est pas suffisante pour déclencher le phénomène de diffusion nécessaire pour notre application. Enfin, pour une énergie de 20 keV, les électrons commencent à former le profil attendu même si leur énergie devient trop importante pour qu'ils soient réellement sensibles au phénomène de diffusion. Cependant, nous avons vu dans le paragraphe précédent que la simulation a tendance à minimiser le retrait par rapport aux résultats expérimentaux. La valeur d'énergie optimale sera donc recherchée expérimentalement dans la gamme 15-20 keV, énergies pour lesquelles on espère trouver une valeur de retrait de l'ordre de 50 nm, suffisante pour le bon déroulement de l'étape de *lift-off*. Devant la diversité des échantillons, ce travail fera l'objet d'un traitement dédié dans la partie fabrication des résonateurs.

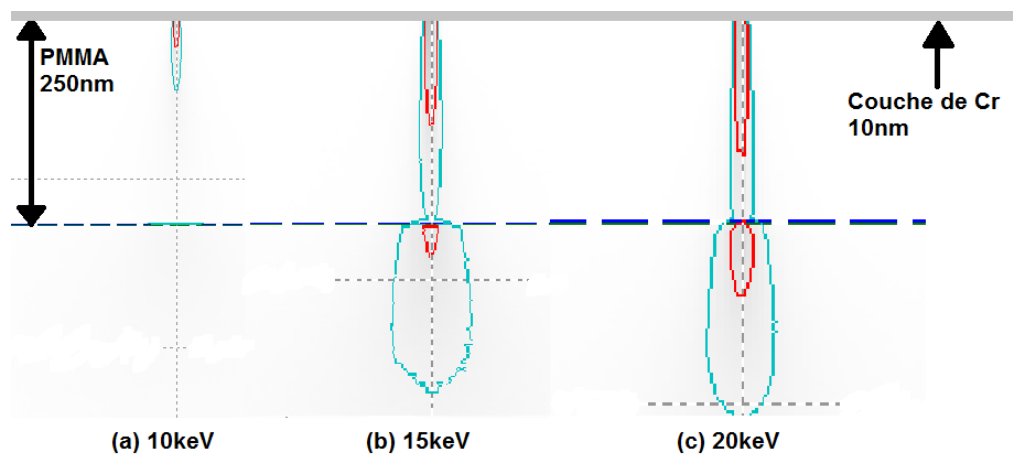


Figure 2-15 – Simulation grâce au logiciel Casino de la distribution en énergie déposée à l'intérieur de l'empilement Cr/PMMA/ZnO pour trois énergies de faisceau incident : 10keV (a), 15keV (b) et 20keV (c).

II - La gravure par faisceau d'ions focalisés

Durant les dix dernières années, l'utilisation des systèmes à faisceau d'ions focalisés s'est généralisée dans les domaines des matériaux et des micro-nanotechnologies car ils offrent à la fois et sur une même plateforme la capacité d'imager et d'usiner localement avec une très haute résolution une très large gamme de matériaux et d'objets. Le fonctionnement d'un tel système est assez similaire à celui d'un microscope électronique à balayage, le faisceau étant constitué d'ions à la place d'électrons. Des électrons secondaires sont générés lors de l'interaction ions-matière, permettant de former une image, et si les ions incidents possèdent une énergie suffisante, ils conduisent également à la pulvérisation de la matière. La plupart des systèmes sont à double colonnes, une colonne électronique et une colonne ionique, permettant dans le même temps d'observer et de graver le matériau. Ceci est très utilisé pour la réalisation de coupes (*cross-sections*) et de lamelles MET. De plus, les stations actuelles sont couramment équipées de modules permettant d'injecter des gaz au niveau de l'échantillon, soit pour déposer localement un matériau à partir d'un précurseur (IBID), soit pour augmenter la vitesse de gravure.

Dans notre cas, nous allons utiliser le FIB pour graver localement les électrodes d'un résonateur directement dans la couche d'aluminium déposée sur le substrat piézoélectrique. Il existe d'autres techniques pour réaliser des électrodes de dimension sub-micrométrique, mais quasiment toutes nécessitent le transfert via un polymère, comme l'EBL que nous venons de décrire. Concernant en particulier certains échantillons exploités dans le cadre de nos travaux, leur taille inférieure à $4 \times 4 \text{ mm}^2$ les rendent difficilement compatibles avec l'étape d'enduction de résine (maintien par le vide difficile, épaisseur de résine non homogène...), ce qui impose de facto la nécessité de trouver une solution alternative aux techniques classiques de lithographie. L'utilisation du FIB à cette fin, bien que difficile notamment pour des problèmes de détection de fin de gravure, nous a paru intéressante à mettre en œuvre pour démontrer la potentialité de ces substrats de petite dimension.

Le système utilisé est à la base un MEB LEO Stereoscan 440 sur lequel a été ajoutée une colonne Orsay Physics Canion 31. La Figure 2-16 est une vue d'ensemble de cette station, composée de trois parties principales : une colonne électronique pour la visualisation et le positionnement de l'échantillon, une colonne ionique permettant de graver le substrat grâce à un faisceau d'ions gallium, et un logiciel de CAO qui pilote l'un ou l'autre des faisceaux à partir de fichiers au format gdsii. Le substrat est placé sur une platine eucentrique, permettant une incidence normale du faisceau FIB ou du faisceau électronique sur la surface de l'échantillon, un angle de 60° existant

entre les deux colonnes. Le point de coïncidence des faisceaux se situe à 27 mm en MEB et à 15 mm en FIB.

Nous allons présenter dans un premier temps le fonctionnement de la source et de la colonne FIB, puis nous décrirons l'interaction ions/matière en l'illustrant avec quelques simulations, et nous finirons par une présentation du logiciel Raith Elphy Quantum.

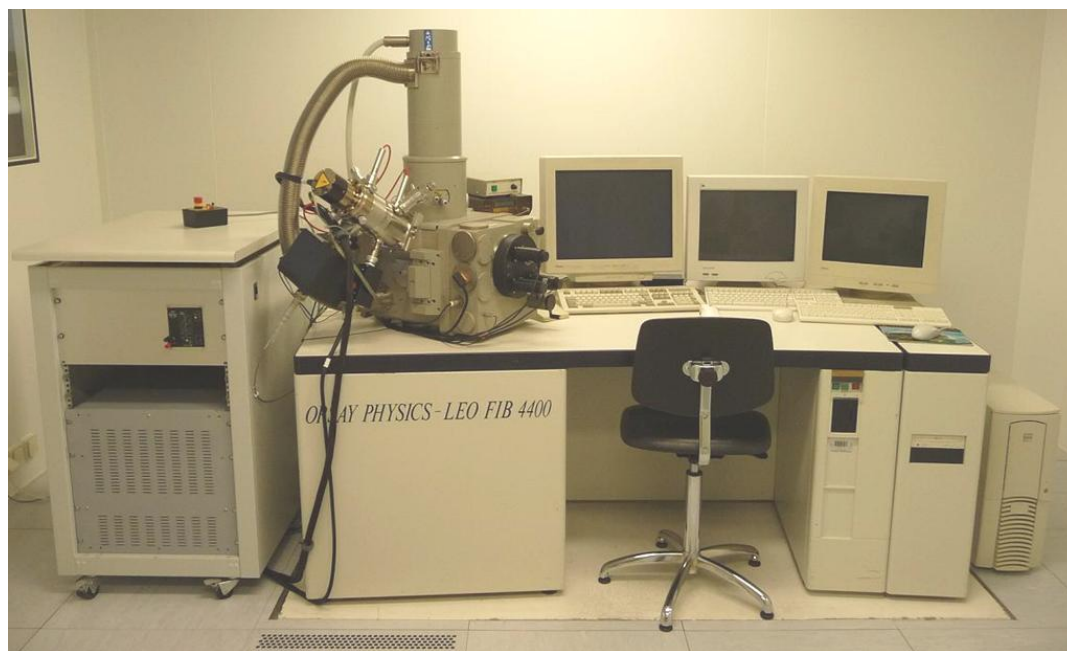


Figure 2-16 - Photo de la station double faisceau MEB/FIB de la centrale de technologie de l'institut FEMTO-ST.

II - 1 - La source d'ions LMIS

Il existe deux grandes familles de sources d'ions, les sources à base de gaz et les sources à base de métaux. Les premières colonnes ioniques ont été fabriquées dans les années 1970, à base de sources gazeuses [78]. Toutefois, ces sources délivrant de faibles courants et nécessitant un refroidissement cryogénique ont vite été abandonnées au profit des sources métalliques, couramment appelées LMIS (Liquid Metal Ion Source). Ces dernières ont permis d'atteindre, dès le début des années 80 [79], des intensités angulaires de l'ordre de $20 \mu\text{A}/\text{sr}$ pour des sources monoatomiques de gallium (Ga). Dès lors, des colonnes ioniques pouvant atteindre des courants de 30 nA avec une résolution inférieure au micron ont été fabriquées. Nous allons présenter ici le fonctionnement d'une source à base de Ga, qui est la plus répandue pour plusieurs raisons. Le

gallium a une faible température de fusion (30°C) permettant de travailler à température ambiante sans chauffage, ainsi qu'une faible pression de vapeur et une grande tension de surface à cette température de fusion. Il s'agit de plus du type de source équipant notre système.

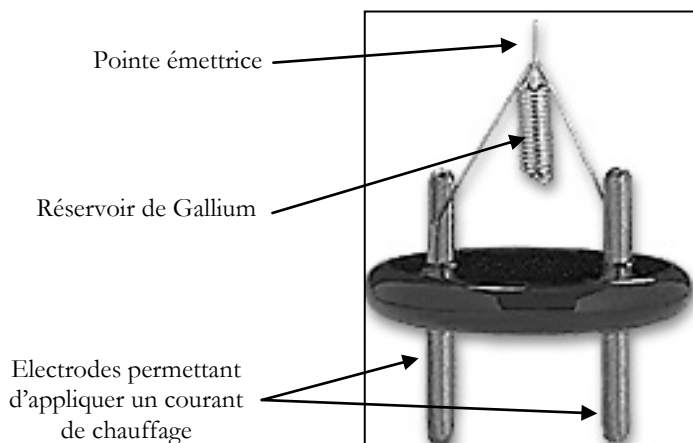


Figure 2-17 - Photo d'une source d'ions LMIS.

La source LMIS est constituée d'une pointe émettrice en tungstène usinée électrolytiquement, et ayant un rayon de courbure à son extrémité de l'ordre de $5\text{ }\mu\text{m}$. Cette pointe comporte à sa base un réservoir contenant environ 1 cm^3 de Ga (Figure 2-17, [80]). Une tension de plusieurs kilovolts (5 à 15 kV) est appliquée à l'électrode d'extraction, placée à une distance inférieure au millimètre de la pointe. Le métal prend alors la forme d'un cône (appelé cône de Taylor, voir Figure 2-18), les forces électrostatiques et de surface s'équilibrent. Le phénomène de pointe à l'extrémité du cône liquide entraîne la formation d'un champ électrique intense. L'évaporation sous champ intervient lorsqu'un atome ou un ion sont évaporés de la surface du métal à travers une barrière de potentiel abaissée par ce champ. Si un atome est évaporé, il se transforme en un ion par post-ionisation. Par observation en microscopie électronique à transmission, il apparaît que la taille de la zone d'émission est de l'ordre de 5 nm [81]. Cependant, à une distance de quelques micromètres de la source, sa taille effective atteint 50 nm à cause des interactions de Coulomb et de l'évaporation thermique.

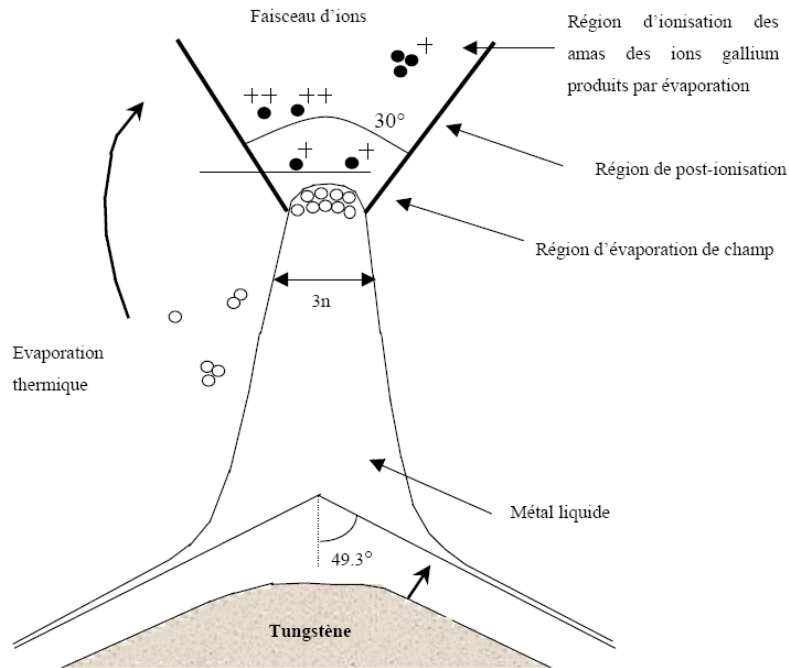


Figure 2-18 – Schéma de la pointe avec à son extrémité le cône de Taylor, visualisation des différents types d'ionisation [82].

A la valeur de tension d'extraction est reliée une valeur permettant de quantifier la quantité d'ions émis : c'est le courant d'extraction. La valeur de tension d'extraction est ajustée de manière à obtenir un courant compris entre 1 et 2 μA pour deux raisons : pour des valeurs plus faibles, l'émission est instable, et pour des valeurs plus grandes, il y a émission d'amas d'ions. De plus, la distribution en énergie augmente rapidement, engendrant la génération d'aberrations.

Une source LMIS fonctionne sous un vide de l'ordre de 10^{-7} mbar ; à un courant de travail de 2 μA , sa durée de vie est d'environ 1000 h. L'efficacité de la source est donnée par sa brillance, définie comme suit :

$$B = \frac{d^2I}{dAd\Omega} = \frac{I}{\pi^2 \alpha_s^2 r_s^2} \text{ (A.cm}^{-2}.\text{sr}^{-1}\text{)}$$

où d^2I est un élément différentiel du courant émis d'une aire dA dans un angle solide $d\Omega$, et α_s et r_s sont respectivement le demi-angle de la source et le rayon d'émission. En général, la brillance B est de l'ordre de $10^6 \text{ A.cm}^{-2}.\text{sr}^{-1}$.

En fonctionnement normal et régulier, une augmentation de quelques dizaines de volts par jour suffit à maintenir une émission constante, d'autant plus que la pointe en tungstène est naturellement structurée lors de l'usinage électrochimique : il existe de petites rainures qui permettent par effet de capillarité d'amener le Ga jusqu'à son extrémité. De temps en temps, après une longue période à l'arrêt ou après une remise à l'air par exemple, il est nécessaire de chauffer légèrement la source ou d'appliquer une surtension d'extraction. Cette étape doit être réalisée avec précaution, car de très forts courants d'émission peuvent être atteints rapidement, causant une consommation excessive de Ga, et potentiellement l'émission de gouttes de Ga pouvant se loger dans des zones critiques, comme les lentilles électrostatiques.

A noter que sur certaines colonnes, et notamment celle du Canion 31, une électrode appelée supresseuse est ajoutée au niveau de l'électrode d'extraction. Son rôle est d'asservir la tension d'extraction en fonction du courant d'émission afin d'obtenir une émission stable durant une très longue période, permettant ainsi d'effectuer des gravures longues en minimisant les problèmes de dérive de faisceau.

II - 2 - La colonne ionique

Une fois générés, les ions rencontrent différents éléments à l'intérieur de la colonne ionique, pour être au final focalisés et défléchis sur l'échantillon. Les premières colonnes construites étaient simplement constituées d'une lentille électrostatique, d'un effaceur de faisceau, et d'un déflecteur à octopole. On retrouve actuellement toujours les mêmes éléments, représentés sur la Figure 2-19, même si d'autres dispositifs sont venus améliorer leur fonctionnement. Une description de chaque élément de la colonne est donnée dans cette partie.

Pour se donner une idée du type de faisceau qui transite à l'intérieur de cette colonne, il est facile de montrer que la vitesse d'une particule chargée v ayant une masse m et soumise à une tension d'accélération U est donnée par la relation :

$$v = \sqrt{\frac{2eU}{m}}$$

Ce qui donne dans le cas d'atomes de Gallium mono-chargés accélérés par une tension de 30 kV une vitesse de 9 km.s⁻¹.

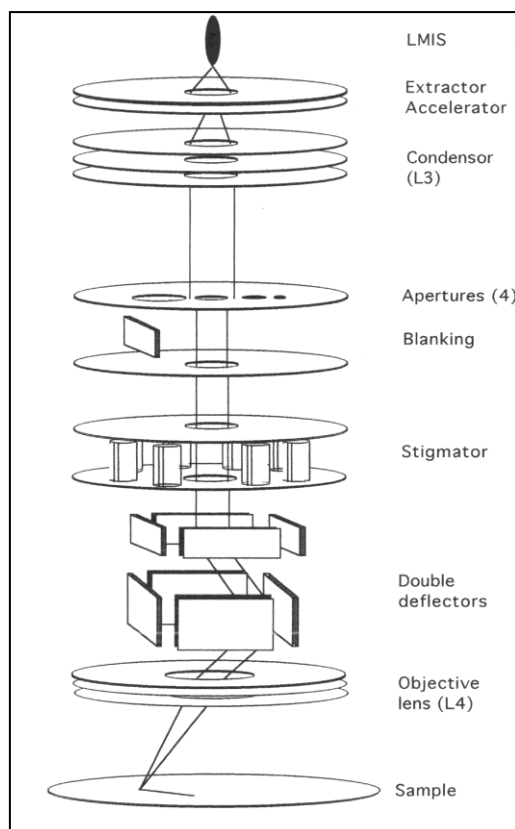


Figure 2-19 - Schéma de principe du Canion 31 (Orsay Physics).

II - 2 - 1 - Les étages d'extraction et d'accélération

Ces deux étages offrent la possibilité de régler la tension d'extraction et la tension d'accélération. La tension d'extraction, en général de l'ordre de 7 à 9 kV pour le Canion 31, permet de régler le flux d'ions, comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent. La tension d'accélération permet quant à elle de fixer l'énergie des ions qui vont arriver à la surface de l'échantillon. Cette tension est réglable entre 10 kV et 30 kV, mais le but étant pour nos applications d'enlever de la matière, elle est toujours fixée à sa plus haute valeur (30 kV), afin d'obtenir un rendement de pulvérisation élevé.

II - 2 - 2 - Les lentilles électrostatiques : le condensateur (L3) et l'objectif (L4)

Deux principes d'activation sont utilisés pour dévier les faisceaux de particules chargées : électrostatique et magnétique. Dans la pratique, les lentilles électrostatiques sont utilisées dans les instruments mettant en jeu des faisceaux d'ions. En effet, les lentilles magnétiques ne peuvent

guère être utilisées pour traiter des faisceaux d'ions, car le champ magnétique nécessaire pour dévier les ions doit dépasser les 10 Teslas, du fait de leur masse élevée. En optique électronique, les lentilles électrostatiques sont peu utilisées, car elles souffrent d'aberrations, notamment sphériques, supérieures à celles des lentilles magnétiques [63].

Une lentille électrostatique est constituée de trois électrodes, portées à des potentiels réglables. Ces potentiels sont ajustables et permettent de modifier les lignes de champs (Figure 2-20), et ainsi de modifier le chemin d'un faisceau de particules chargées. La force \vec{F}_E exercée par un champ électrique \vec{E} sur une particule chargée est donnée par la relation $\vec{F}_E = q \cdot \vec{E}$, avec q la charge de la particule. Dès les années 1970, Munro [83] a jeté les bases de leur conception et développé des logiciels permettant d'améliorer celle-ci.

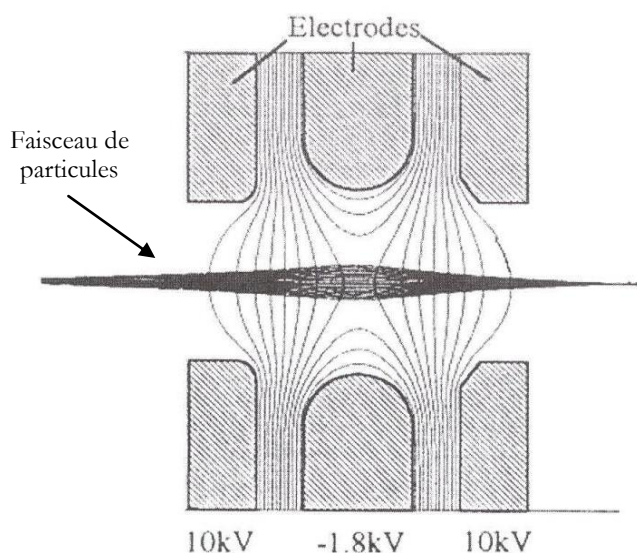


Figure 2-20 - Schéma d'une lentille électrostatique à trois électrodes, montrant les lignes de champs générées par les hautes tensions appliquées, et le chemin d'un faisceau de particules chargées [84].

Dans une colonne, la conception ainsi que l'agencement des lentilles doivent être optimisés de manière à réduire au maximum les aberrations. Ces aberrations peuvent être de natures différentes :

- les aberrations sphériques, qui conduisent à une focalisation plus importante dans la partie extérieure de la lentille que dans la partie intérieure,
- les aberrations chromatiques, qui sont provoquées par la dispersion en énergie des ions, qui conduisent à une focalisation des ions sur différents plans focaux.

Deux lentilles servent à focaliser le faisceau :

- le condenseur permet d'obtenir un faisceau plus ou moins collimaté avant l'entrée dans le diaphragme. Il existe différents modes de travail, en fonction des applications (Figure 2-21) : pour celles nécessitant une haute résolution, la solution utilisant un faisceau collimaté ($HT_{condenseur} = 11$ kV) sera retenue car la partie utile de faisceau transite par le centre des lentilles (minimisation des aberrations). En revanche, lorsque de forts courants (plusieurs nA) sont nécessaires pour enlever de gros volumes de matière, on travaille en général au voisinage du *cross-over* ($HT_{condenseur} = 14$ kV). Le faisceau est alors beaucoup plus entaché d'aberrations,
- l'objectif permet quand à lui de focaliser le faisceau à la surface de l'échantillon. La valeur de la tension d'objectif utilisée au point de coïncidence est de 17 kV.

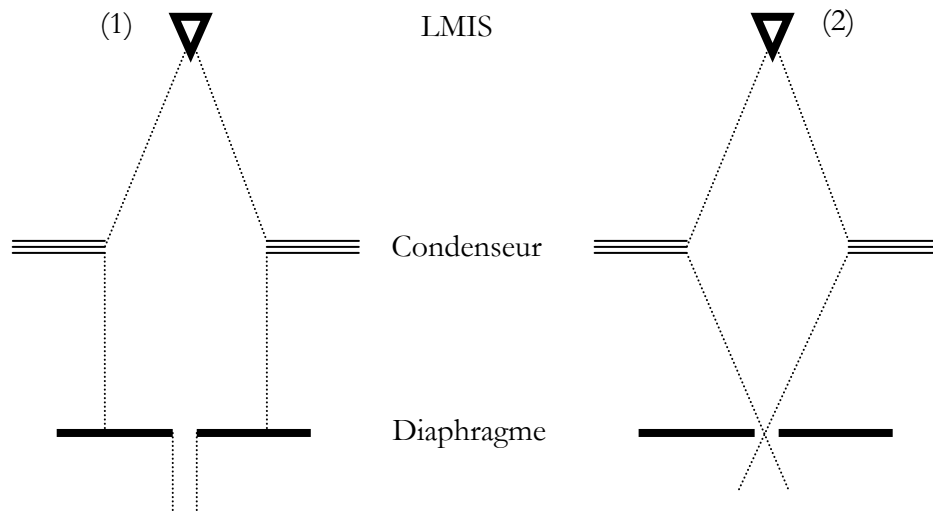


Figure 2-21 – Deux exemples de mode de travail du condenseur : (1) mode collimaté, (2) mode *cross-over*.

On notera que la partie supérieure de la colonne (LMIS, extraction, accélération, condenseur) est séparée du reste de la colonne par une vanne manuelle. Cette vanne est fermée lorsque la chambre est remise à l'air pour introduire l'échantillon : une pompe ionique, reliée à cette partie de la colonne, permet ainsi à tout moment de conserver un vide de l'ordre de 10^{-7} mbar.

II - 2 - 3 - Le diaphragme

Le diaphragme offre la possibilité, comme on peut le voir sur la Figure 2-21, de sélectionner une partie du faisceau et ainsi de limiter l'ouverture numérique. Il permet également d'éviter au

faisceau d'entrer en contact avec les parties métalliques des lentilles, les préservant ainsi de courants parasites induits par le faisceau. On comprend alors que le courant d'échantillon est commandé par la valeur de la tension de condenseur et par la taille du diaphragme. La colonne que nous avons utilisée est équipée d'une barrette de quatre diaphragmes, de diamètres respectifs 20 μm , 50 μm , 100 μm et 200 μm . Le diaphragme de 20 μm permet d'obtenir des courants de l'ordre de 20 pA adaptés à l'imagerie FIB et à la gravure haute résolution. Les diaphragmes de 50 μm et 100 μm permettent d'obtenir quant à eux des courants compris entre 30 pA et 600 pA, pour la gravure de motifs sub-micrométriques. Enfin, le diaphragme de 200 μm concerne plutôt la pulvérisation de volumes de matière largement supérieurs à 1 μm^3 , avec des courants de 1 nA à 4 nA.

II - 2 - 4 - L'octopôle (stigmatiseur) et le système de balayage

Le principe de base utilisé dans l'octopôle, le système de balayage et l'effaceur de faisceau (blanking) est le même : il s'agit de la déflection électrostatique. En effet, lorsqu'un faisceau d'ions traverse deux plaques parallèles appelées électrodes, soumises à une différence de potentiel, la déflection θ induite est donnée par la relation :

$$\tan \theta \cong \theta = \frac{V_t L}{2 V_0 d}$$

avec :

- V_t la différence de potentiel appliquée aux deux électrodes, générant un champ $E_t = V_t / d$,
- L la longueur des électrodes,
- V_0 la tension d'accélération des ions,
- d l'espacement des électrodes.

L'octopôle est constitué de huit électrodes, réparties autour de l'axe optique de la colonne. Les électrodes sont reliées deux à deux, diamétralement opposées et connectées à 4 alimentations de tension inférieure à 1 kV. Il permet de compenser les aberrations sphériques et d'obtenir un faisceau circulaire, sans astigmatisme.

Le système de balayage pourrait être composé simplement de deux paires d'électrodes permettant le balayage selon les axes X et Y. Le problème de ce montage résiderait alors dans l'éloignement entre le faisceau d'ions et l'axe de l'objectif, qui constituerait une source d'aberrations. En pratique, il est composé de deux étages, muni chacun de deux paires d'électrode afin de défléchir le faisceau à la surface de l'échantillon et de traverser l'objectif de manière paraxiale (Figure 2-19).

Enfin, l'effaceur de faisceau permet de défléchir le faisceau à l'intérieur d'une cage de Faraday lorsque la gravure est terminée ou entre deux zones à graver dans le même champ. La cage de Faraday est reliée à un picoampèremètre pour la mesure du courant d'échantillon.

Le système de balayage et l'effaceur de faisceau peuvent être commandés de trois façons différentes :

- en interne, utilisée pour la réalisation de formes simples, lignes verticales et horizontales, rectangles et points,
- en externe par le balayage MEB, utilisée pour faire de l'imagerie,
- en externe par le logiciel Raith Elphy Quantum, utilisée pour faire de la gravure à partir de schémas de conception au format gdsii. Ce logiciel fera l'objet d'un traitement particulier dans la partie II.5.

II - 2 - 5 - Conclusion

En guise de conclusion, nous présentons les caractéristiques du Canion 31 dans le Tableau 2-4. Seuls les modes de fonctionnement permettant d'obtenir un faisceau propre, c'est-à-dire loin du *cross-over*, sont présentés ici. La résolution et le courant sonde sont fonctions de deux paramètres : la taille du diaphragme et la valeur du condensateur. Les valeurs de courant ont été mesurées dans une cage de Faraday reliée à un picoampèremètre. La résolution a été évaluée par gravure dans une tranche de silicium avec un condensateur porté à 10,5 kV. La valeur de la tension d'accélération était de 30 kV et le courant d'extraction de 2 μ A. Ce tableau est une base pour établir un procédé. En effet, connaissant la résolution nécessaire à l'obtention d'un dispositif, il est aisé de choisir la taille de diaphragme qu'il faudra utiliser, et qui fixe par ailleurs le courant sonde. Nous verrons dans le paragraphe suivant comment ce courant permet de déterminer le temps de gravure en fonction de la nature du matériau.

II - 3 - Les interactions ions / solides

Les deux précédentes parties nous ont permis de décrire le Canion 31, qui produit un faisceau focalisé de gallium, dont l'énergie est de 30 keV, le diamètre compris entre 15 nm et quelques micromètres, et de courant compris entre 10 pA et 5 nA. Ce faisceau, balayant la cible, va créer localement des interactions.

Taille diaphragme (μm)	Condenseur (kV)	Courant (pA)	Résolution (nm)
20	10,5	8	40
	12,5	20	
50	10,5	50	60
	12,5	90	
100	10,5	150	90
	12,5	350	
200	10,5	700	150
	12,5	1200	

Tableau 2-4 – Courant sonde et résolution en fonction de la taille de diaphragme et de la valeur de condenseur utilisées.

Les principales interactions possibles sont représentées sur la Figure 2-22. Elles ne se réalisent pas toutes avec la même probabilité et peuvent être séparées en deux catégories. Tout d'abord, les interactions élastiques provoquent la pulvérisation du matériau cible, le déplacement des atomes dans le réseau et la formation de défauts. Les interactions inélastiques se caractérisent quant à elles par la production d'autres formes d'énergie, comme les électrons secondaires ou les rayons X. Bien que très utiles, notamment pour se déplacer sur l'échantillon grâce à la formation de l'image en électrons secondaires, nous n'allons pas nous attarder sur ces dernières, mais plutôt sur le phénomène qui nous intéresse en premier lieu : la pulvérisation. Elle intervient lorsque l'ion incident transfère suffisamment d'énergie aux atomes de l'extrême surface pour qu'ils soient arrachés.

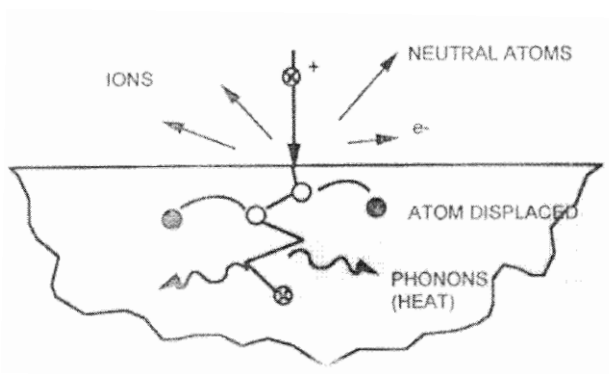


Figure 2-22 - Interaction entre le faisceau incident d'ions Ga^+ et le substrat (cible) [84].

Le modèle le plus répandu pour décrire l'interaction ions - solide est celui des collisions en cascade [85]. Pour le cas qui nous intéresse, à savoir un faisceau incident de 30 keV, ce modèle implique une série de collisions indépendantes. Si l'énergie transmise est supérieure à une valeur critique appelée « énergie de déplacement », l'atome sera expulsé de son site originel, créant par exemple un atome interstitiel dans le réseau cristallin. Ce premier déplacement d'atome peut avoir suffisamment d'énergie pour déplacer un groupe d'atomes dans son environnement proche. Si cette collision arrive à proximité de la surface, l'atome ou les atomes déplacés peuvent être émis hors du substrat et conduire à la pulvérisation du matériau cible. Le taux de pulvérisation s'exprime en atomes pulvérisés par ion incident, ou en micromètre cube par nano-coulomb. Par exemple, le taux de pulvérisation de l'aluminium est de $0,3 \mu\text{m}^3/\text{nC}$ (Tableau 2-5). Si le but est de graver un carré de $5 \mu\text{m}$ de côté et de $1 \mu\text{m}$ de profond avec un courant de 100 pA, le volume total de $25 \mu\text{m}^3$ sera pulvérisé en 14 min.

Element	Densité (g.cm^{-3})	Taux de pulvérisation ($\mu\text{m}^3/\text{nC}$)	Rendement de pulvérisation (atomes/ion)
C (diamant)	3,57	0,18	2,73
Al	2,7	0,3	2,89
Si	2,33	0,27	2,08
Ag	10,5	0,42	0,94
W	19,25	0,12	1,22
Pt	21,47	0,23	2,44

Tableau 2-5 – Taux et rendement de pulvérisation pour quelques matériaux [86].

Bien que des abbaques existent, quantifier ce phénomène est assez difficile car de nombreux paramètres sont à considérer, comme le type de matériau, l'orientation cristalline, l'angle d'incidence du faisceau, et la redéposition. De manière générale, lorsque l'angle d'incidence du faisceau augmente, l'intersection de la cascade de collisions avec la surface augmente, ce qui conduit à une augmentation du nombre d'atomes pulvérisés. Le maximum de pulvérisation est atteint pour un angle compris entre 75 et 80° . Le taux de pulvérisation varie également fortement, jusqu'à un facteur 10, avec le *channeling*. En effet, lorsque l'ion pénètre à l'intérieur du cristal selon un plan cristallin, il peut subir une suite de collisions inélastiques qui vont le conduire profondément dans le matériau avant qu'il ne subisse une collision élastique. De ce fait, moins d'atomes sont pulvérisés : voir Figure 2-23. Notons que ce phénomène est aussi largement utilisé en imagerie FIB pour obtenir un contraste d'orientation cristalline [87].

Un autre phénomène très important à prendre en considération est la redéposition. Elle diminue le rendement effectif de l'usinage car une partie du matériau pulvérisé se redépose autour de la zone considérée et doit être gravée une seconde fois. Il s'agit en partie de la raison pour laquelle il est impossible de réaliser un flanc de gravure parfaitement vertical avec un faisceau d'incidence normale [84,88]. Un angle d'attaque supérieur à 90° doit être utilisé pour cette application.

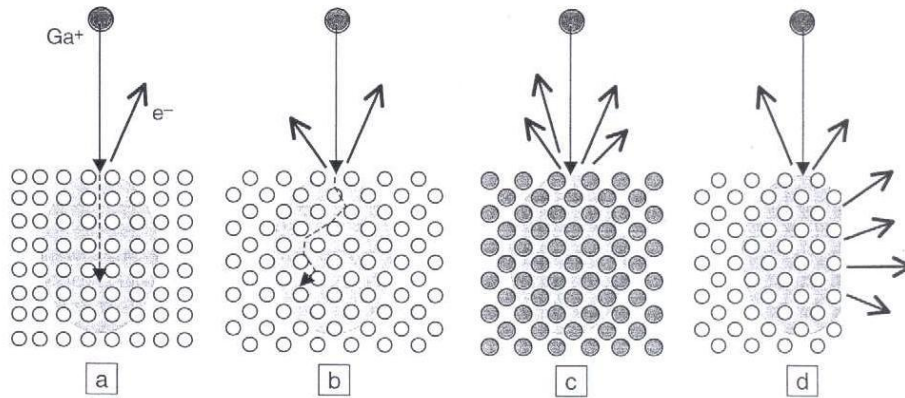


Figure 2-23 - Représentations schématiques de l'influence de : (a) & (b) l'orientation cristalline, avec mise en évidence du *channeling* en (a), (c) la masse atomique, et (d) la géométrie de la surface [87].

D'autres phénomènes peuvent également expliquer cette non verticalité, comme le profil gaussien du faisceau et la chute très marquée du taux de pulvérisation pour des angles supérieurs à 85° [89,90]. Pour contrer ce phénomène, une stratégie particulière est utilisée en gravure FIB, fondée sur la multiplication des passes rapides, qui permet d'enlever à chaque passage une fine couche de matériau et de diminuer l'effet de la redéposition. D'autres effets particuliers et encore mal décrits affectent le résultat de la gravure FIB, comme l'apparition d'une rugosité ou de vagues à la surface du matériau lors de la gravure [91,92].

L'utilisation de cette technologie conduit également, dans l'épaisseur atteinte par les ions (en général 20 à 100 nm) à :

- l'incorporation de Ga à l'intérieur du matériau cible selon la formule [87] :

$$f_{Ga} = 1/\alpha Y$$

avec f_{Ga} la fraction atomique de Gallium implanté, a la fraction d'ions qui n'a pas été réfléchi par la surface, et Y le rendement de pulvérisation en at./ion,

- l'endommagement de la surface du matériau sous la forme d'amorphisation pour un cristal (création de défauts ou de dislocations). Il peut également s'agir de modification de

la taille de grain ou de séparation de phases. Cet endommagement est difficilement prévisible et a été étudié pour certains matériaux comme le silicium, le germanium ou le diamant, mais pas pour les céramiques que nous allons utiliser en tant que substrat ; il est en général localisé dans la zone où les atomes de Ga sont implantés,

- une élévation de la température provoquée par la forte décélération des ions, dont seule une faible partie de l'énergie est transformée en défauts ou en rayonnements. Elle est principalement définie par la conductivité du matériau. Le but étant ici d'usiner la couche d'aluminium qui est un conducteur thermique avéré, l'élévation de température devrait être inférieure à 10°C [87], ce qui est très loin des températures de Curie des matériaux considérés.

Nous avons décrit ici, rapidement et de manière phénoménologique, les interactions entre le faisceau incident et le matériau. La section qui suit sera l'occasion, grâce au logiciel SRIM développé par J.F. Ziegler *et al.* [93,94], de les chiffrer par rapport à nos applications.

II - 4 - Simulations de l'interaction entre les ions incidents de Ga⁺ et le substrat grâce au logiciel SRIM

Comme nous l'avons évoqué précédemment, l'enjeu de nos travaux est de réaliser par gravure directe des électrodes de largeur 500 nm ou 250 nm dans une couche d'Aluminium d'épaisseur 50 à 100 nm préalablement déposée sur le substrat piézoélectrique. Ces simulations vont nous permettre d'évaluer l'interaction entre le faisceau et le matériau afin de déterminer le taux de pulvérisation et l'épaisseur de matériau affectée par le bombardement. Etant donné le type de structure à fabriquer, soit 10 paires de doigts et 20 électrodes dans chaque miroir avec une ouverture de 40 μm , nous allons utiliser un courant de 200 pA pour graver un volume de l'ordre de 50 μm^3 . Le temps de gravure calculé est alors de 14 min. Toutefois, nous verrons dans la partie fabrication que le temps réel, notamment à cause des raisons évoquées plus haut (redéposition), est beaucoup plus long.

Les conditions de simulation sont les suivantes : bombardement avec 20000 ions de Ga⁺, incidence normale à la surface, avec une énergie de 30 keV à une température de 0 K. La collision d'un ion avec un atome du réseau crée une lacune, représentée par un point rouge sur les graphes. Le recul de l'atome cible induit une cascade de lacunes dans le réseau, représentées par des points verts. Les estimations données par ce logiciel dépendent principalement des énergies de liaison en surface, qui sont mal connues, et ne tiennent pas compte des phénomènes de *channelling* dans les

matériaux isotropes. Malgré ces limitations, ces résultats sont très intéressants pour estimer l'effet du bombardement et prévoir autant que faire se peut l'efficacité de gravure pour un matériau et des conditions d'usinage données.

II - 4 - 1 - Gravure de la couche d'Aluminium sur PZT

Des simulations (Figure 2-24) ont été réalisées à différents stade de la gravure de la couche d'Aluminium. Dans un premier temps, nous avons simulé le bombardement d'une couche d'Al de 50 nm d'épaisseur, déposée sur un substrat de PZT. On observe une légère propagation des cascades dans le PZT, mais la majeure partie des défauts et des atomes de Ga implantés est localisée à l'intérieur de la couche d'Al. La diffusion des atomes d'Al dans le PZT est très faible. Le taux de pulvérisation simulé de l'Al est de 3,6 at/ion, légèrement supérieur à celui donné dans le Tableau 2-5. Nous avons ensuite simulé le bombardement d'une couche de 20 nm, c'est-à-dire en cours de gravure. Les atomes de Ga pénètrent alors davantage dans le PZT, jusqu'à une profondeur de 60 nm. L'incorporation d'Al dans le PZT est toujours très limitée. Pour terminer, nous avons simulé le bombardement sur le substrat, sans couche d'Al. En effet, une sur-gravure est obligatoire afin de s'assurer que tout l'Al a été pulvérisé, et que les électrodes sont bien définies, sans rugosité des flancs. Le dépôt d'Al, réalisé par pulvérisation cathodique, présente une structure colonnaire et donc la vitesse de gravure n'est pas homogène d'un grain à l'autre, et entre les grains (joints de grain). Afin d'obtenir un flanc d'électrode bien défini, il faut également graver légèrement le substrat car la gravure en bord de tranchée (flanc à 90°) est difficile à réaliser.

Cette dernière simulation nous permet de voir qu'en fin de gravure, les atomes de Ga^+ sont localisés majoritairement dans les 50 premiers nanomètres, tout comme la majorité des dislocations. On peut en conclure que la structure cristalline des 50 premiers nanomètres est modifiée par le bombardement, ce qui peut avoir une importance capitale pour la réponse des dispositifs, surtout pour ceux dont l'épaisseur de PZT est faible comparée à celle du métal (100 nm). D'autre part, la simulation nous permet d'avoir accès au rendement de pulvérisation par atome (Tableau 2-6). On s'aperçoit qu'après gravure, la stœchiométrie peut être altérée, car les rendements de pulvérisation sont différents pour chaque élément (sur-stœchiométrie en Zr et Ti dans notre cas).

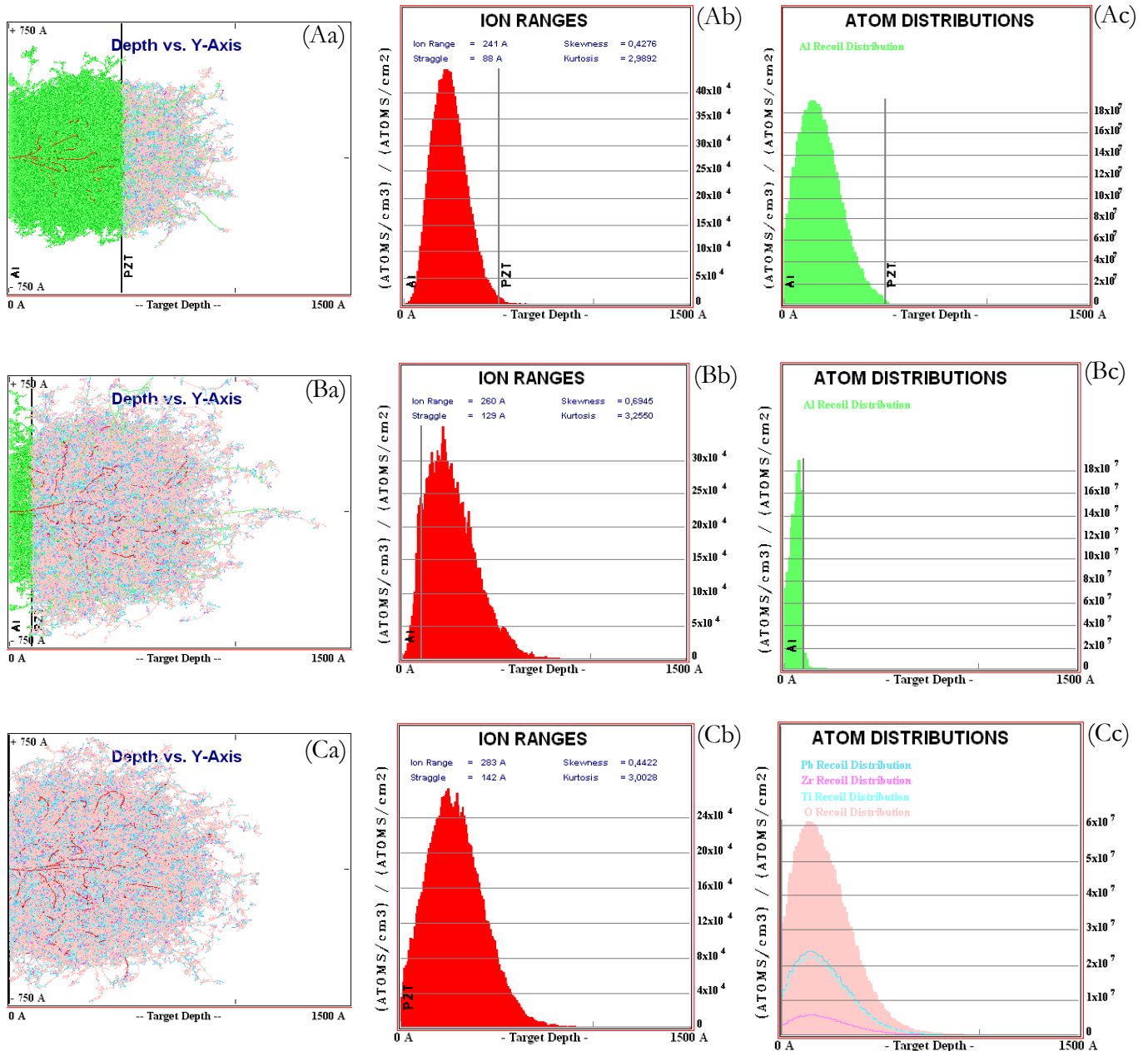


Figure 2-24 - Résultats des simulations par le logiciel SRIM, numérotation (ligne ; colonne) – ligne (A), simulations avec une couche d'Al de 50nm, (B) avec une couche d'Al de 20nm, et (C) sans couche d'Al ; colonne (a), collisions provoquées dans le matériel, (b) profondeur de pénétration des ions Ga⁺ et (c) répartition des atomes (Al ou ceux du PZT) déplacés à l'intérieur du matériel.

Si l'on considère par exemple une couche de 100 nm de PZT dans laquelle on est obligé de faire une surgravure de 20 nm pour définir parfaitement les électrodes, sachant que 50 nm de matériel seront affectés par le bombardement, seuls 30 nm de matériel conserveront la structure cristalline parfaite leur conférant leurs propriétés piézoélectriques. On s'aperçoit également, en étudiant les graphes Depth vs. Y-axis, que la modification structurale du matériel intervient latéralement sous l'électrode (partie non gravée), avec une zone affectée de 50 nm sous chaque

électrode. Etant donné qu'il est difficile de chiffrer les phénomènes ainsi induits, il n'est pas dit que la partie de matériau affectée perde totalement ses propriétés. Si l'on utilise la formule donnant la fraction de Ga et sachant que seule une partie infime des ions est rétrodiffusée d'après la simulation ($< 1\%$), la fraction de Ga implantée dans la partie la plus affectée (profondeur de 30 nm) est de 14 %.

Eléments	Stœchiométrie	Rendement de pulvérisation (atomes/ions)	Rendement ramené à la stoech. (atomes/ion)
Pb	1	1,48	1,48
Zr	0,2	0,17	0,85
Ti	0,8	0,88	1,10
O	3	4,48	1,49

Tableau 2-6- Rendement de pulvérisation des différents éléments du PZT lorsque toute la couche d'Al a été pulvérisée.

II - 4 - 2 - Gravure de la couche d'Aluminium sur substrat de LiNbO_3

Le même type de simulation a été réalisé pour une couche d'Al déposée sur LiNbO_3 . Les résultats sont présentés sur la Figure 2-25 et dans le Tableau 2-7. Dans ce cas, il n'y a pas non plus de diffusion marquée de l'Al dans le LiNbO_3 . Ce dernier est également affecté dès que la couche d'Al commence à être pulvérisée. La profondeur de pénétration des ions, et donc la zone affectée, est de l'ordre de 50 nm en profondeur et en latéral. Il est possible de se retrouver avec une sur-stœchiométrie en Nb en surface. La fraction de Ga dans le matériau, à 30 nm de profondeur, est de 17 %. La structuration des électrodes étant effectuée dans ce cas à la surface d'un matériau massif, la perte d'une partie des propriétés piézoélectriques due à un changement structural en surface est moins critique que pour un film de quelques centaines de nanomètres d'épaisseur.

Dans un cas comme dans l'autre, l'effet des modifications en surface aura un impact majeur sur les ondes, bien qu'il soit difficilement quantifiable. En effet, la profondeur de pénétration des lignes de champ étant de l'ordre de grandeur de la longueur d'onde (voisine du micromètre dans les cas que nous allons considérer), leur propagation sera significativement affectée et on peut s'attendre à une réduction de l'efficacité du couplage.

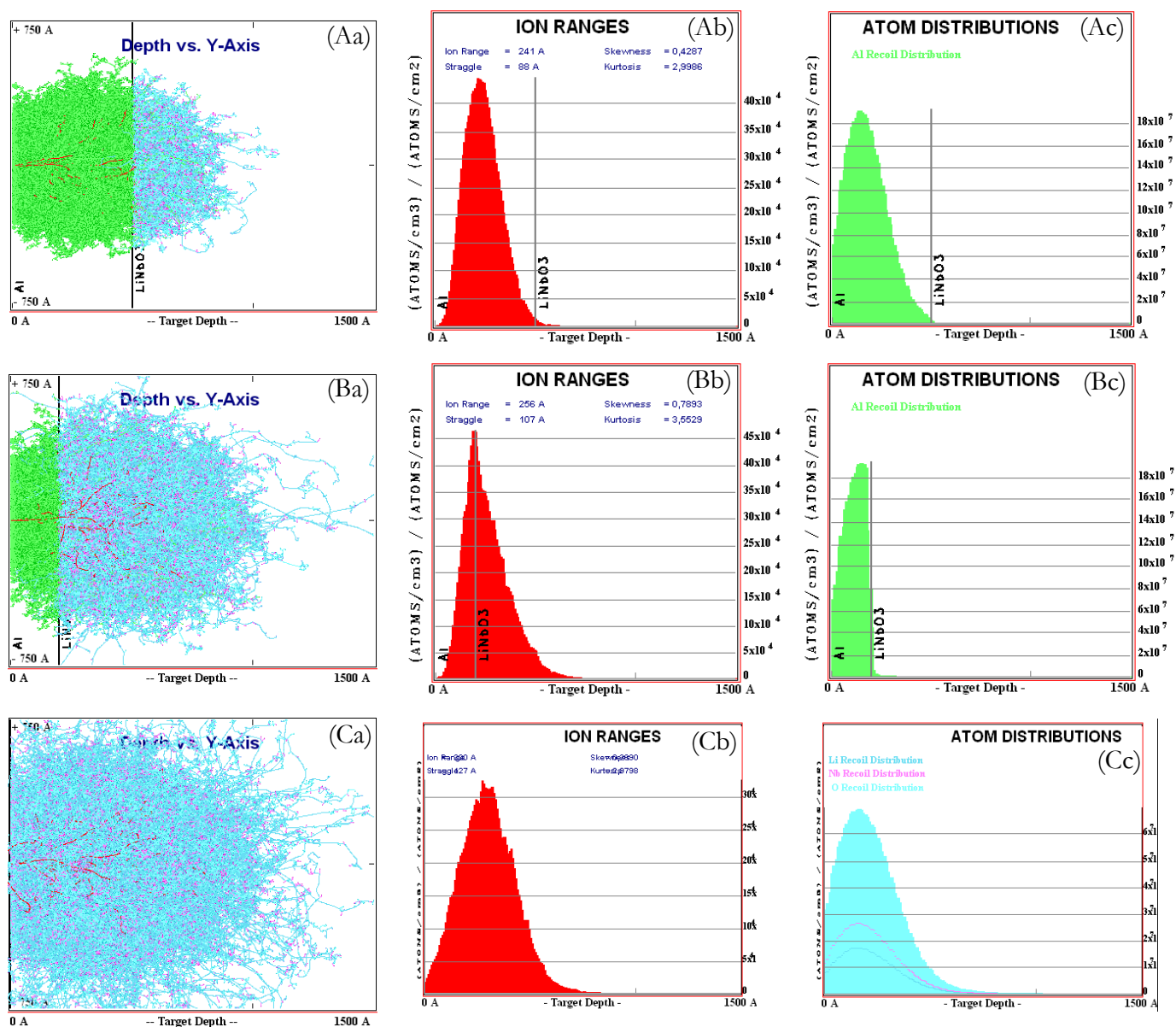


Figure 2-25- Résultats des simulations par le logiciel SRIM, numérotation (ligne ; colonne) – ligne (A) simulation avec une couche d'Al de 50nm, (B) avec une couche d'Al de 20nm, et (C) sans couche d'Al ; colonne (a) collisions provoquées dans le matériau, (b) profondeur de pénétration des ions Ga⁺ et (c) répartition des atomes (Al ou ceux du LiNbO₃) déplacés à l'intérieur du matériau.

Eléments	Stœchiométrie	Rendement de pulvérisation (atomes/ions)	Rendement ramené à la stoech. (atomes/ion)
Li	1	1,42	1,42
Nb	1	0,56	0,56
O	3	3,99	1,33

Tableau 2-7 - Rendement de pulvérisation des différents éléments du LiNbO₃ lorsque toute la couche d'Al a été pulvérisée.

II - 5 - Logiciel Raith Elphy Quantum : fonctionnement et stratégies de gravure

Le logiciel Raith Elphy Quantum permet, à partir de fichiers au format gdsii, de piloter le faisceau ionique, et ainsi de définir les électrodes et le plot de connexion sur la couche d'Al. La platine supportant l'échantillon est fixe, et le faisceau gaussien est défléchi selon un balayage de type trame. La taille de fenêtre maximale sur laquelle il est possible de graver est de 260 μm , avec une résolution de 16 bits (soit une précision de placement de 1,5 nm dans un champ de 100 μm). La taille de fenêtre doit être définie de telle sorte que le motif en occupe les trois quarts, et qu'il soit centré, ceci afin de se placer dans les meilleures conditions vis-à-vis de la résolution (petite fenêtre), et des aberrations (plus marquées en bord de champ). Pour nos applications, la taille de fenêtre est fixée à 100 x 100 μm^2 .

A l'intérieur de cette fenêtre, le faisceau sera défléchi en tenant compte des paramètres suivants :

- le pas (*stepsize*), qui définit la distance entre deux tirs,
- la durée de maintien (*dwelltime*), qui correspond au temps de faisceau sur chaque tir. La fréquence maximale de travail est de 300 kHz, soit un temps de maintien minimum de 3 μs ,
- le temps d'établissement (*settlingtime*), qui permet de définir un temps d'attente avant la gravure de chaque motif, afin de limiter les phénomènes d'hystérésis,
- le nombre de boucles (*loops*), ou nombre de passages, très important pour limiter la redéposition et obtenir une gravure homogène.

Les premiers tests de gravure de tels dispositifs ont nécessité un temps d'usinage de 1 à 2 h. Sur des durées aussi longues, il existe une dérive due à la fois à la platine et au faisceau. Afin de pallier ce problème, nous avons proposé d'utiliser un module présent dans le logiciel et permettant de faire de l'alignement niveau à niveau, en le détournant de son utilisation originelle. Ainsi, avant de commencer toute gravure, des marques d'alignement sont gravées par FIB sur l'échantillon. Ensuite, la position de ces marques est suivie soit de manière manuelle, soit de manière automatique, toutes les 10 min environ. La manière manuelle est plus fiable, car le centre de la croix est repéré par l'opérateur. Cela nécessite par contre de rester devant le système durant toute la gravure. La seconde méthode, automatique et donc plus confortable pour l'opérateur, est fondée sur de la reconnaissance d'image. Le fait que les images soient réalisées par FIB, et donc qu'à chaque passage, la marque soit abîmée, rend de plus en plus difficile la reconnaissance, et donc la compensation. Cette méthode de fabrication offre l'avantage de garantir la périodicité des électrodes, les dérives du faisceau et de la platine étant ainsi compensées aussi souvent que

nécessaire pour garantir une déviation inférieure à 50 nm entre deux étapes de réalignement. Les deux méthodes ont été testées, et les deux ont donné des résultats conformes à nos attentes, comme nous le verrons dans le chapitre 4.

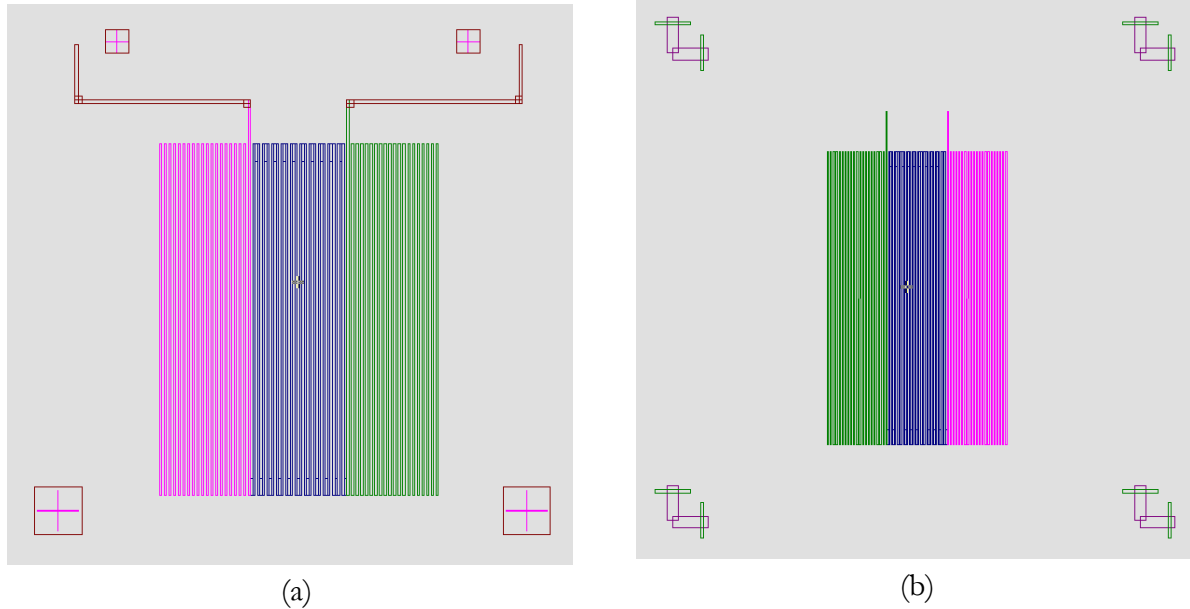


Figure 2-26 - Exemples de dessin au format gdsii de résonateurs à simple-port, avec des marques d'alignement manuelles (a), et automatiques (b).

Conclusion

Ce chapitre a été l'occasion de présenter deux méthodes permettant d'obtenir des résolutions submicroniques à l'aide de faisceaux de particules chargées. Nous avons décrit en détail leur principe de fonctionnement en expliquant la manière dont le faisceau est généré puis focalisé, ainsi que la façon dont ce faisceau interagit avec la matière, d'abord du point de vue général puis grâce à des simulations de cas réels. L'EBL a déjà montré sa capacité à produire des dispositifs à OES et nous avons présenté une méthode utilisant la diffusion des électrons pour obtenir un profil de la résine compatible avec le *lift-off*. L'utilisation du FIB pour cette application est en revanche une méthode originale mais dont le principal inconvénient est la modification du substrat dans les couches superficielles, comme le montrent entre autres les simulations. Nous verrons dans la suite du manuscrit que cette technologie a néanmoins prouvé son efficacité.

Les développements de ces deux technologies ne sont pas appelées à suivre les mêmes chemins. Tandis que les recherches sur le FIB tentent de repousser les limites de résolution notamment en obtenant l'émission d'ions métalliques à partir d'une phase solide adsorbée sur une pointe ultra-fine [95], ou en utilisant une source d'ions d'hélium cryogénique [96], les recherches sur l'EBL visent à mettre au point des systèmes multifaisceaux capables de répondre aux données de la roadmap ITRS (nœud à 10 nm en 2020). Pour cela, des recherches sont déjà en cours pour fabriquer des systèmes à multifaisceaux électroniques [97], qui permettraient de concurrencer les technologies de lithographie par projection utilisées actuellement. Le chapitre suivant va justement être consacré aux technologies, utilisées ou en développement intensif, pour les applications industrielles de forte cadence.

Chapitre 3 - La Lithographie UV et la Lithographie par Nano-Impression

Introduction

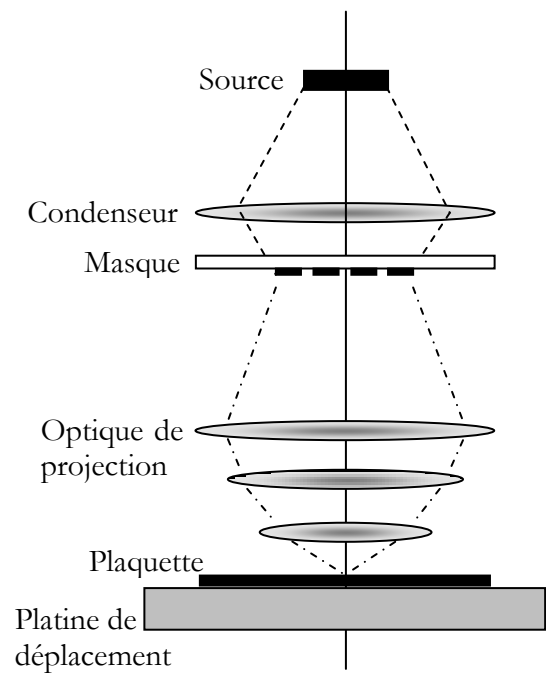
Portés par l'industrie de la microélectronique, les moyens de lithographie UV ont connu une croissance exponentielle de leur limite de résolution pendant ces dernières décennies. En effet, la lithographie a été réellement centrale dans les progrès de l'industrie du semi-conducteur, en permettant de réduire les tailles de motifs et d'augmenter la densité d'intégration des circuits intégrés à un coût économiquement acceptable. La résolution R de cette technique est donnée par la formule $R = k_i \lambda / NA$ [98], où λ est la longueur d'onde de la lumière d'exposition, NA l'ouverture numérique de l'optique de projection, et k_i un facteur dépendant du procédé. Chacun de ces facteurs correspond à une manière d'améliorer la résolution, et c'est ce que nous allons présenter dans la première partie de ce chapitre, appliqué aux dispositifs à OES. D'autres techniques alternatives ouvrent des perspectives intéressantes, comme la nano-impession. Cette technique, proche des techniques de fabrication de CD ou de DVD à partir d'une matrice, permet d'atteindre des résolutions nanométriques et commence à montrer des signes de maturité. Nous n'aurons malheureusement pas l'occasion de tester cette dernière pour la fabrication de résonateurs, mais étant donné le foisonnement de publications et de brevets sur ce sujet depuis une dizaine d'années, nous trouvons judicieux de la présenter. En effet, elle pourrait devenir pertinente pour la fabrication de dispositifs à OES d'ici quelques années. Ces deux techniques se différencient de l'EBL et du FIB par leur capacité à produire des dispositifs de manière collective, et donc beaucoup plus rapide. Leur description sera assez brève comparée au chapitre précédent pour deux raisons, la première est que le nombre de dispositifs fabriqués par ces moyens dans le cadre de ce travail de thèse est faible, la seconde que le stepper est un système encore en phase de développement au sein de la centrale MIMENTO.

I - La lithographie UV par projection

Le principe est identique à celui utilisé dans le cas de l'EBL : une couche de résine, préalablement déposée sur le substrat, est modifiée par un rayonnement. Cette résine, formée d'une matrice transparente à la longueur d'onde d'exposition, contient des composés photosensibles. Quand l'image des motifs présents sur un masque est projetée sur le substrat, les zones insolées sont le siège de processus photochimiques qui vont conduire à leur dissolution lors de l'étape de développement (cas d'une résine positive). Le système de lithographie par projection présent au sein de MIMENTO est un Nikon NSR-2005i9C. Il permet de traiter des plaquettes de quatre pouces. Il comporte une source d'illumination et un système optique qui projette l'image réduite par un facteur cinq du réticule contenant le dessin du motif à transférer sur la résine photosensible. La Figure 3-1 présente une photo de la station et le synoptique de fonctionnement du système décrit dans le paragraphe suivant.



(a)



(b)

Figure 3-1 - (a) photo du stepper NSR-2005i9C installé au sein de la salle blanche MIMENTO, (b) synoptique de fonctionnement d'un stepper.

I - 1 - Principe général de la technologie stepper

I - 1 - 1 - La source d'illumination

Elle est constituée d'une source UV et d'un condenseur. La source doit être puissante car elle fixe le temps d'exposition pour déposer une dose d'énergie donnée dans la résine, contribuant ainsi à fixer le débit de la machine. Elle doit être monochromatique et fonctionner à une longueur d'onde pour laquelle les résines photosensibles sont optimisées. Afin d'augmenter les performances du système, en particulier sa résolution, il est nécessaire de diminuer la longueur d'onde. La source du stepper NSR est ainsi équipée d'une lampe à vapeur de mercure i-line émettant un rayonnement UV à 365 nm de longueur d'onde. La source est suivie d'un condenseur constitué d'un ensemble de lentilles, filtres et miroirs dont le rôle est de collecter et de filtrer la lumière provenant de la source et de la focaliser au niveau de la pupille d'entrée de l'optique de projection, ce qui permet d'assurer l'uniformité d'éclairement du masque.

I - 1 - 2 - Le masque ou réticule

Le masque est un composant critique car les motifs qui y sont définis seront fidèlement reproduits sur la plaquette. La qualité du dispositif dépend donc directement de la qualité du masque en termes de contrôle de dimensions, de planéité, de précision du dessin, etc... Les masques utilisés sur ce type de stepper sont des plaques carrées de 150 mm de côté et d'épaisseur $6,3 \text{ mm} \pm 5 \text{ }\mu\text{m}$ en verre sodocalcique, matériau transparent à 365 nm. Le réticule en verre est recouvert de quatre couches : 8 nm de CrO, 62 nm de Cr et 30 nm de CrO dans lesquelles les motifs sont gravés par voie chimique après insolation et développement de la quatrième couche de 530 nm de résine AZ1500. Les deux couches de CrO servent d'antireflet soit lors de l'écriture du masque, soit lors de l'étape d'insolation dans le stepper. La couche de Cr de 62 nm est opaque à 365 nm. Les masques sont fabriqués en interne à la centrale de technologie MIMENTO grâce à un masqueur laser Heidelberg DWL200 fonctionnant à 442 nm et dont la résolution maximale est de 1 μm . Néanmoins, l'expérience montre dans notre cas que la maîtrise des dimensions sur le masque est avérée pour des périodes d'électrodes supérieures ou égales à 5 μm , avec des largeurs de trait comprises entre 2 μm et 3 μm , ce qui nous mène bien aux limites de résolution du stepper comme nous le verrons ci-après.

I - 1 - 3 - L'optique de projection

La lithographie par projection a permis d'introduire le facteur de réduction M , avec $M = 5$ dans le cas du stepper NSR. Ce facteur de réduction est très intéressant car il permet de relâcher les contraintes au niveau de la fabrication du masque, les motifs présents sur le masque étant de dimensions cinq fois plus grandes que ceux imprimés. Ceci conduit dans notre cas, avec des masques d'électrodes de période $5\text{ }\mu\text{m}$, à l'insolation sur la résine d'électrodes de période $1\text{ }\mu\text{m}$. Au fur et à mesure du développement de cette technique, les lentilles de projection se sont complexifiées dans le but d'améliorer leurs caractéristiques fonctionnelles tout en augmentant l'ouverture numérique : l'optique du stepper NSR est ainsi composée de plus de trente lentilles, mesure 50 cm de haut, et requiert une enceinte en surpression régulée en température.

Introduisons ici la notion d'ouverture numérique NA , donnée par la relation $NA_{im} = n_{im} \sin \theta_{max}$ ou n_{im} est l'indice du milieu côté objet et θ_{max} le demi-angle maximal du cône de lumière côté image ou objet, selon que l'on considère l'ouverture numérique côté image ou objet. En effet, une optique possède deux ouvertures numériques proportionnelles liées entre elles par le grandissement de la lentille. Leur rapport est le facteur de réduction M : $NA_{im} = M \times NA_{obj}$. On comprend ainsi que lorsque la lentille se trouve dans l'air, son ouverture numérique est uniquement fixée par son angle de collection, et dépend donc de son diamètre. C'est pourquoi les opticiens ont dû relever un défi technologique et fabriquer des lentilles sans aberrations et de grand diamètre.

La projection réduite du réticule complet sur la plaquette, appelée champ, est de $22 \times 22\text{ mm}^2$ sur le NSR. Une plaquette de 100 mm de diamètre contient donc environ 13 champs d'exposition. Pour couvrir une plaquette entière, il est nécessaire de réaliser plusieurs fois la photo du masque, on parle alors de photo-répéteur ou stepper. La plaquette est déplacée dans les deux directions pour exposer les différents champs. Notons bien que le champ de $22 \times 22\text{ mm}^2$ est une valeur maximale, il est tout à fait possible de photo-répéter un champ de 1 mm^2 par exemple.

I - 1 - 4 - Les développements récents

La technologie utilisée sur le stepper NSR date du début des années 1990, et les vingt dernières années ont vu l'apparition de nombreuses innovations, permettant à la lithographie UV de rester la technologie privilégiée pour la production de volume, atteignant des résolutions de l'ordre de 30 nm . La première transition vint dans les années 1990 avec l'utilisation de lasers excimères en ultraviolet profond (248 nm puis 193 nm) qui permirent de passer sous la barre des 300 nm [99]. A la fin des années 1990, un travail important sur le facteur k_1 fut mené (notamment par

l'amélioration du contraste des résines), mais c'est surtout la maîtrise des phénomènes de diffraction et de la phase du rayonnement diffracté qui permis les progrès les plus spectaculaires au début des années 2000, permettant de dépasser le critère de Rayleigh, au prix d'une conception de réticule très sophistiquée [100]. Un travail a également été mené en parallèle pour augmenter l'ouverture numérique de l'appareil de projection, en passant à la lithographie à immersion [101] (la dernière lentille et la plaquette baignent dans un liquide). Actuellement, les efforts portent sur la lithographie en ultraviolet extrême (EUV) utilisant une longueur d'onde de 13,5 nm [102]. Toutes ces sophistications n'ont fait qu'augmenter considérablement le coût de cette technologie. Les systèmes les plus récents coutent environ cinquante millions d'euros, et il ne serait pas surprenant que les systèmes à EUV atteignent les cent millions d'euros. Ceci explique pourquoi l'industrie des composants à OES ne peut pas facilement investir dans de tels équipements, étant donné que les produits fabriqués sont à faible valeur ajoutée. Seule la société TDK-EPCOS a récemment pu se munir d'un équipement à 100 nm de résolution. L'EBL est une alternative intéressante d'autant plus qu'elle permet de travailler sans masque (gain au niveau du budget), mais son caractère séquentiel, limitant sa productivité, reste un frein. C'est pourquoi la lithographie par nano-impession, qui sera présentée dans la deuxième partie de ce chapitre, peut être une alternative compétitive.

I - 2 - Le procédé de lithographie

I - 2 - 1 - Généralités

La capacité à résoudre des détails de petite dimension dépend fortement des caractéristiques de l'optique du stepper, mais il ne faut en aucun cas oublier que le procédé tient également une part importante dans la réalisation des objectifs. En fonction de la tolérance admise, sur la largeur des électrodes dans notre cas, une plage de focalisation et une plage de dose d'insolation peuvent être définies, tous les autres paramètres étant fixés par ailleurs.

Les résines sont en principe composées d'une matrice polymère, d'un composé photo-acide, d'un composé basique limitant les effets de la diffusion d'acide, et d'un solvant qui conditionne la viscosité. Il existe différents types de résines, les résines novolaques étant généralement utilisées sur les steppers i-line. Le polymère novolaque est soluble dans les milieux aqueux et basiques tandis que le composé photosensible, la diazonapthoquinone (DNQ), est insoluble dans ces milieux. Le mélange est donc très peu soluble à l'état naturel. Après exposition à une longueur d'onde située entre 300 et 450 nm, le DNQ produit, suite à plusieurs réactions intermédiaires, un

composé acide soluble en milieu basique. La résine sera développée dans une solution basique, les zones exposées étant alors solubles.

I - 2 - 2 - Procédé utilisé

Le stepper fait partie d'une ligne de petite production dans laquelle les procédés sont figés pour permettre une parfaite répétabilité, dans le but de produire principalement des composants à OES. Les wafers de quatre pouces sont manipulés par cassettes de 25. Cette ligne est composée entre autres de deux lignes d'enduction et développement automatiques, d'une évaporation sous vide, de paillasse permettant le nettoyage des substrats et le *lift-off*, et d'un MEB pour le contrôle automatique des dispositifs en fin de procédé.

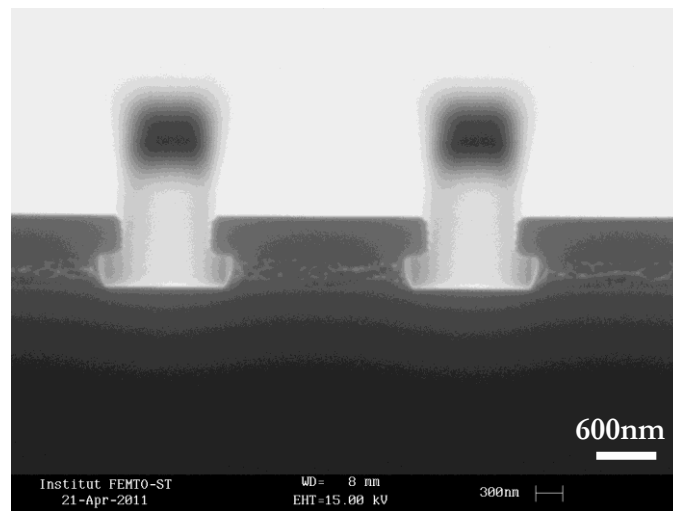


Figure 3-2 – Image MEB de la bicouche LOR3A/SPR505 permettant d’obtenir un profil propice au *lift-off* – le retrait de la résine LOR3A par rapport à la SPR505 est de 250nm.

Le procédé est comme pour la lithographie électronique fondé sur une étape de *lift-off*, mais cette fois l'utilisation d'une structure bicouche [73] a été choisie car il est difficile d'obtenir un flanc rentrant lors d'une insolation UV. Après nettoyage du substrat, une couche de LOR 3A d'épaisseur 310 nm est couchée sur le substrat par centrifugation puis recuite à 180°C pendant 3 min. Une seconde couche de SPR 505 d'épaisseur 450 nm est alors déposée, puis recuite à 90°C pendant 1 min. Après contrôle des épaisseurs déposées, l'insolation UV a lieu, la dose déposée est de 205 mJ. L'étape de développement est critique puisqu'elle fixe à la fois les dimensions des électrodes et le retrait de la résine LOR 3A. En effet cette résine n'est pas sensible au rayonnement UV et sa vitesse de dissolution dans le développeur est fonction de la température

de recuit et du temps de développement. Enfin, après avoir contrôlé la largeur des électrodes dans la résine à l'aide du MEB, l'étape d'évaporation est réalisée, suivie du *lift-off*, et d'une dernière étape de contrôle au MEB de la taille des électrodes en aluminium sur le substrat. La Figure 3-2 est une image MEB de la résine obtenue par clivage de l'échantillon et observation à 85°, qui permet de visualiser la qualité du profil obtenu. On voit ici que la limite d'épaisseur des électrodes ainsi réalisables est de l'ordre de 250 nm ; au-delà de cette épaisseur, le métal devient aussi épais que la résine LOR 3A ne permettant pas de garantir la qualité des bords d'électrodes, et pouvant même rendre le *lift-off* impossible dans le cas de fortes épaisseurs.

II - La lithographie par nano-impession

La nano-impession est une technologie générique qui regroupe différentes approches, dont les deux plus connues dans le monde de la micro- et nano-fabrication sont les lithographies par nano-impession assistée thermiquement ou par exposition UV. La principale différence avec les procédés conventionnels réside dans le mécanisme fondamental qui est utilisé pour créer les motifs. Dans ce cas, le contraste topographique est obtenu par déplacement/écoulement de la matière dans les cavités d'un moule, suivi d'un mécanisme pour figer la matière déplacée : soit thermique (changement de phase par refroidissement du polymère, voir la Figure 3-4), soit physico-chimique (polymérisation ou réticulation par exposition UV). La Figure 3-3 permet de visualiser un exemple typique de système de lithographie par nano impression assisté par exposition UV.

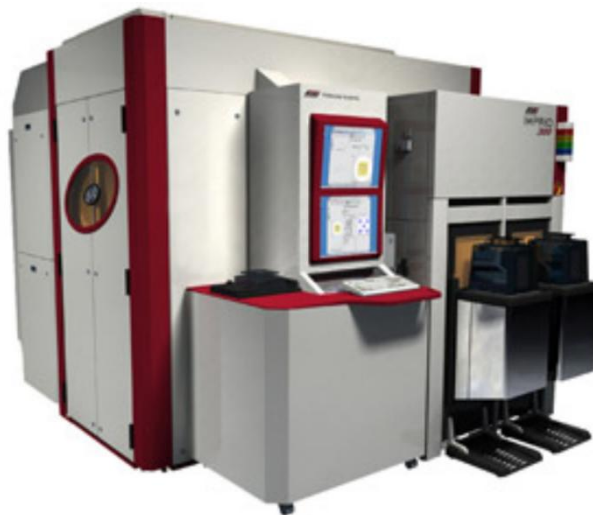


Figure 3-3 -Système de lithographie par nano impression Imprio 300 [103] permettant de travailler sur des plaquettes de 200 mm et 300 mm. La station fonctionne par répétition avec des masques durs de dimension 26 mm x 32 mm, et permet d'atteindre une résolution de 30 nm.

II - 1 - La fabrication du moule

Elément central du procédé, le moule est pour la nano-impession ce que le masque est pour la lithographie UV. Toutefois, contrairement aux procédés UV par projection, il s'agit d'une

technique 1X, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de facteur de réduction entre le masque et son image transférée dans la résine. Ainsi, la réalisation de cet objet nécessite l'utilisation de techniques de nano-fabrication comme l'EBL, le FIB ou la lithographie UV par projection, mais aussi la lithographie par rayons X ou la lithographie EUV. Toutes ces approches sont communément appelées *top-down* car la structuration de la matière est réalisée via un usinage mécanique ou chimique. Il existe également des solutions dites *bottom-up* (rares) qui utilisent des propriétés d'auto-organisation de la matière à l'échelle de quelques dizaines de nanomètres [104,105].

Les technologies d'impression peuvent être mises en œuvre à la fois avec des moules durs et des moules souples, le point crucial étant la nécessité de laisser passer la longueur d'onde permettant de polymériser ou de réticuler le polymère dans le cas d'une nano-impression assistée par UV. Les moules durs sont généralement en quartz ou en silicium, fabriqués en deux étapes, combinant lithographie et gravure sèche. La réalisation des moules mous passe en principe par la fabrication d'un moule père en silicium dans lequel un matériau liquide est ensuite déposé pour obtenir une copie inverse. La copie est alors utilisée comme moule souple. Une vaste gamme de polymères peut être utilisée pour la réalisation de moules souples, le PDMS étant le plus utilisé pour différentes raisons : sa stabilité temporelle, sa transparence aux longueurs d'onde inférieures à 300 nm et sa stabilité thermique pour des températures inférieures à 150°C. Néanmoins, la formulation standard du PDMS (Sylgard 184) ne permet pas d'obtenir facilement des résolutions inférieures à 300 nm [106]. Pour nos applications, des moules durs seront privilégiés, car permettant d'obtenir des résolutions élevées [107], même si leur rigidité ne leur permet pas d'épouser parfaitement la topologie du substrat. Cette contrainte impose de fait des spécifications plus difficiles à respecter pour les plaquettes en termes de planéité, d'état de surface et de variation d'épaisseur que celles habituellement admises en lithographie UV, et l'utilisation de moules de dimension inférieure au substrat combinés avec des systèmes à répétition.

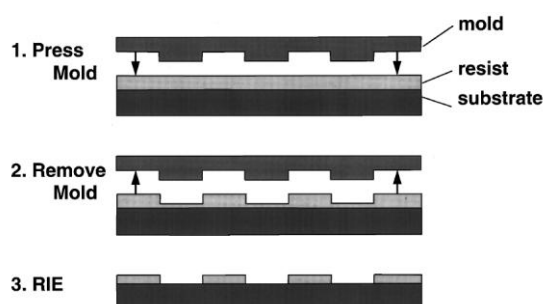


Figure 3-4 -Schéma représentant les trois étapes utilisées lors d'une lithographie par nano-impression assistée thermiquement. L'étape 1 consiste à presser le moule dans le polymère ramolli, l'étape 2 à enlever le moule après refroidissement du polymère, et l'étape 3 à enlever la couche résiduelle par gravure sèche [107].

II - 2 - La séparation du moule et de la résine

La spécificité des procédés de nano-impimpression, à savoir le contact entre la surface du moule et le matériau à structurer, nécessite le développement de stratégies pour faciliter le démoulage, étape capitale de la mise en œuvre. En effet, l'adhésion entre les surfaces du moule et la résine peut induire des déformations [108] voire l'arrachage de motifs [109]. Etant donné le peu de résultats théoriques dédiés à l'étude des mécanismes mis en jeu lors de cette étape, la plupart des résultats obtenus est issue d'approches empiriques qui décrivent principalement deux possibilités : soit une séparation parfaitement parallèle du moule et de la résine [110], soit l'introduction d'un coin d'épaisseur entre le moule et le substrat générant la propagation d'une fissure [111]. Souvent, le mécanisme utilisé lors du démoulage est une combinaison des deux possibilités. Un traitement de surface du moule peut être utilisé pour améliorer le démoulage. Les composés fluorés, qui possèdent des énergies de surface très faibles, sont connus pour leurs propriétés antiadhésives. Ils ont été particulièrement étudiés par Shafrin *et al.* [112], qui démontrent que la surface du moule doit comporter un maximum de groupements CF_3 pour réduire son adhérence avec la résine. Cette couche doit de plus présenter des stabilités mécanique et thermique. Les principales techniques de dépôt de telles couches sont la PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) et la pulvérisation cathodique [113]. Dans certains cas, quelques pourcents de surfactants fluorés peuvent également être ajoutés à la résine, pour améliorer encore le démoulage [114].

II - 3 - La problématique de l'épaisseur résiduelle en nano-impimpression

Comme nous l'avons vu précédemment, des défauts peuvent être introduits lors du démoulage du fait du contact entre le moule et la résine. Ce contact répété pourrait également présenter un autre inconvénient majeur, à savoir une fragilisation mécanique des motifs (surtout ceux de petite dimension). En fait, les conditions expérimentales généralement mises en œuvre ne permettent pas aux motifs du moule d'atteindre l'interface substrat-résine. Par conséquent, une couche de résine, dont l'épaisseur dépend des conditions de pressage mais aussi de la géométrie du moule et du volume initial de résine disponible, est présente entre la surface du substrat et les reliefs du moule. Cette couche est considérée comme une couche d'amortissement réduisant les contraintes mécaniques sur le moule. Bien que certains travaux de recherche aient porté sur son étude [115,116], la valeur de cette épaisseur résiduelle est difficilement estimable. Quoi qu'il en soit, cette

couche résiduelle doit être éliminée par gravure sèche, afin d'obtenir les motifs séparés les uns des autres. Cette étape est importante lorsque la résine est utilisée comme masque pour une étape de gravure, et devient primordiale lorsqu'elle est utilisée pour une étape de *lift-off* [117].

Conclusion

Ce troisième chapitre a été l'occasion de présenter deux techniques de lithographie offrant des cadences industrielles. La première, à savoir la lithographie UV par projection, permet de lever les contraintes sur l'étape de réalisation du masque, au prix d'une optique de projection évoluée permettant un facteur de réduction de cinq entre le masque et le substrat. Nous avons également présenté de manière succincte le procédé mis en œuvre, qui sera utilisé dans le chapitre suivant pour la fabrication de résonateurs sur quartz. Dans ce chapitre, nous ferons également l'étude de l'homogénéité des résultats obtenus sur une plaquette de quatre pouces afin d'estimer les capacités de cet outil dans le cadre d'une pré-industrialisation.

La lithographie par nano-impession, deuxième technique présentée, ne sera pas utilisée dans le cadre de ce travail de thèse mais nous avons exposé les grandes lignes permettant de comprendre son principe et fourni quelques références bibliographiques afin que le lecteur intéressé puisse trouver rapidement des premiers éléments de réponse quant à sa potentialité et à ses limites, dont la problématique de l'épaisseur résiduelle. L'équipe CoSyMa a par ailleurs déjà réalisé des résonateurs sur quartz et langasite par cette technique, en collaboration avec le Danish Technology Institute, avec une distribution en fréquence inférieure à 100 kHz pour des résonateurs fonctionnant à 434 Mhz sur quartz [118]. Pour terminer, notons bien la complémentarité entre l'EBL présentée dans le chapitre précédent et la NIL. En effet, les caractères lent et séquentiel de l'EBL en font un outil difficilement compatible avec les cadences industrielles, mais combinée avec la NIL, ses capacités de haute résolution (< 10 nm) en font l'outil de prédilection pour la fabrication du moule, à un coût limité, et en tout état de cause inférieur à celui engendré par l'utilisation d'un stepper à cette fin.

Chapitre 4 - Fabrication et Caractérisation des Résonateurs

Introduction

Dans les trois chapitres précédents, nous avons exposé les objectifs de l'étude et présenté les moyens à notre disposition pour y parvenir. Des matériaux déposés en couches minces, encore à l'état de recherche expérimentale comme le diamant ou le PZT, permettent d'atteindre de nouvelles caractéristiques en termes de vitesse de propagation des ondes ou de coefficient de couplage comparé aux propriétés accessibles sur substrat monolithique cristallin. De même, des techniques de fabrication de laboratoire, comme le FIB ou l'EBL, devraient nous permettre d'accéder à des résolutions élevées (inférieures à 500 nm) afin de diminuer la période des électrodes et d'augmenter ainsi la fréquence de fonctionnement de nos dispositifs. Notre but est de démontrer l'intérêt de ces matériaux et de ces techniques pour le domaine des OES, et plus particulièrement dans le cadre de la fabrication de résonateurs hautes fréquences.

Dans le présent chapitre, différents types de substrats vont être étudiés pour la réalisation de résonateurs RF, auxquels nous associerons une méthode de fabrication pertinente en fonction principalement de leur taille. Nous allons commencer par présenter les résultats obtenus sur substrats de PZT en utilisant le FIB pour définir les électrodes, étant donnée leur petite taille rendant plus que difficile l'étape d'enduction de résine. Ensuite, nous étudierons des substrats de carbone diamant nanocristallin recouvert d'une couche de matériau piézoélectrique. Après une présentation de la méthode de synthèse de tels substrats, nous détaillerons le procédé de lithographie électronique associé. Enfin, nous terminerons par des résultats obtenus sur substrats de quartz. Dans ce cas, deux techniques de lithographie seront utilisées et nous montrerons leur complémentarité : L'EBL à des fins de R&D et pour atteindre des résolutions élevées, le stepper pour une fabrication cadencée permise seulement sur des substrats de quatre pouces.

I - Réalisation de résonateurs sur couches de Titano Zirconate de Plomb (PZT)

Du fait de l'altération du substrat mise en évidence dans le chapitre 2, l'idée consistant à utiliser la gravure FIB n'apparaît pas, de prime abord, intéressante pour la réalisation de résonateurs à OES. Cependant, certains matériaux sont encore au niveau de la recherche fondamentale en laboratoire et ne peuvent être produits que sur de petites surfaces. C'est le cas des céramiques PZT épitaxiées sur substrat de SrTiO_3 (surface $< 4 \times 4 \text{ mm}^2$) développées à l'université de Genève par l'équipe du Professeur Triscone. Le PZT est en effet un matériau remarquable par ses propriétés diélectriques, ferroélectriques et piézoélectriques, mais la plupart des approches mises en œuvre jusqu'à maintenant pour en produire des films minces (sol-gel, PVD...) donne lieu à des matériaux granulaires grossiers impropres aux applications RF.

Après avoir présenté la méthode de fabrication des résonateurs et afin de valider le procédé technologique mis en œuvre, nous allons dans un premier temps fabriquer et caractériser un résonateur fabriqué sur Niobate de Lithium. Dans un second temps, nous exposerons les résultats obtenus sur PZT épitaxié afin de valider son intérêt pour les applications RF.

I - 1 - Méthode de fabrication des résonateurs

Avant d'entrer dans le vif du sujet, précisons le principe de fabrication en commençant par un descriptif des étapes conduisant à la réalisation d'un résonateur. Tout d'abord, un nettoyage du substrat est effectué. Ensuite, une couche d'aluminium est déposée par pulvérisation cathodique (Plassys) en utilisant une cathode d'aluminium 6 pouces, une pression de travail de 7.10^{-3} mbar et un courant de 1 A, donnant une vitesse de dépôt de 50 nm.min^{-1} . Dans un troisième temps, le transducteur est gravé par FIB (Orsay Physics Canion 31) avec une tension d'accélération de 30 kV, et un courant sonde de 200 pA obtenu avec un diaphragme de $100 \mu\text{m}$ et une valeur de condensateur fixée à 10 kV. Enfin, le résonateur est caractérisé sur un banc Süss Microtech PM-5 associé à un analyseur de réseau Rhode & Schwarz ZVR.

Les paramètres de gravure ont été optimisés de manière à obtenir des lignes bien définies, et une surgravure la plus faible possible. Comme il est difficile de quantifier la surgravure de manière simple, différents dispositifs ont été fabriqués en augmentant progressivement le nombre de passages pour déterminer la valeur nécessaire et suffisante pour s'affranchir de courts-circuits lors

du test électrique. Le nombre de passages optimal pour chaque cas sera donné dans les paragraphes suivants. Les autres paramètres ont été choisis de sorte à obtenir un chevauchement des tirs de 80 % afin de définir au mieux le flanc des électrodes. Enfin, la durée de maintien du faisceau sur chaque tir a été fixée au minimum pour diminuer le phénomène de re-déposition et augmenter le nombre de passages : nous nous sommes aperçus que pour un *dwelltime* inférieur à 20 μ s et un temps d'établissement inférieur à 150 μ s, l'électronique n'était pas suffisamment rapide pour éviter les phénomènes d'hystérésis, bien qu'elle soit prévue pour fonctionner à 300 kHz. Notre choix s'est donc porté sur ces valeurs.

I - 2 - Résonateur sur substrat de Niobate de Lithium

I - 2 - 1 - Conception et fabrication des résonateurs

Afin d'établir une démonstration de principe de cette méthode de fabrication, nous avons choisi arbitrairement de faire un essai sur un substrat de LiNbO_3 YX. Etant donnés les temps de gravure relativement longs, les dispositifs fabriqués sont de petite taille, et l'épaisseur de métal de 100 nm. Les résonateurs, fabriqués dans un champ de 100 μ m x 100 μ m, sont constitués de huit paires de doigts et de sept électrodes dans chaque miroir. La période est fixée à 700 nm, de manière à fabriquer un résonateur fonctionnant autour de 2 GHz, et l'ouverture acoustique à 65 μ m pour s'affranchir de tout effet de diffraction. Le réalignement nécessaire pour compenser la dérive est effectué de manière manuelle, à l'aide de trois croix. Dans un deuxième temps, le plot délimitant le point chaud est réalisé également par gravure FIB. Il s'agit simplement de la gravure d'une ligne de démarcation de 500 nm de large autour d'une surface de 150 μ m x 150 μ m, permettant de séparer le point chaud du métal environnant qui définira la masse. Ce type de configuration, simple dans sa conception, pourra néanmoins faire apparaître des capacités parasites. La Figure 4-1 (a) offre une vue générale du dispositif final afin d'en apprécier la qualité globale. Le gros plan (Figure 4-1(b)), permet d'évaluer la qualité des électrodes ainsi fabriquées, qui sont régulières et présentent des bords lisses. Les meilleures réponses ont été obtenues pour 60 passages, soit environ 45 min d'usinage.

I - 2 - 2 - Caractérisation électrique

Les caractérisations électriques sont reportées sur la Figure 4-2 [119]. Même si la vitesse de phase est assez bien prévue par la théorie, la largeur de la bande d'arrêt et le facteur de couplage sont

suresstimés. Les courbes de la Figure 4-2 (a) correspondent aux mesures de conductance et de susceptance sur une plage de fréquence de 1,7 GHz à 3,6 GHz et mettent en évidence un niveau de pertes élevé qui peut être expliqué par des résidus métalliques entre les électrodes. Sur les Figure 4-2 (b) et (c), l'accord théorie expérience est mis en évidence pour les deux modes couplés à 2,13 GHz et 2,21 GHz. Le faible niveau de la conductance peut quant à lui certainement être expliqué par les problèmes de surgravure et d'amorphisation évoqués dans le chapitre 2.

Néanmoins, cette réalisation prouve notre capacité à réaliser et à caractériser des dispositifs fonctionnant à des fréquences de l'ordre de 2 GHz. Etant donnée la bonne qualité de la gravure, il apparaît également que cette technologie peut être utilisée pour atteindre des résolutions plus élevées et donc des fréquences de fonctionnement également plus élevées.

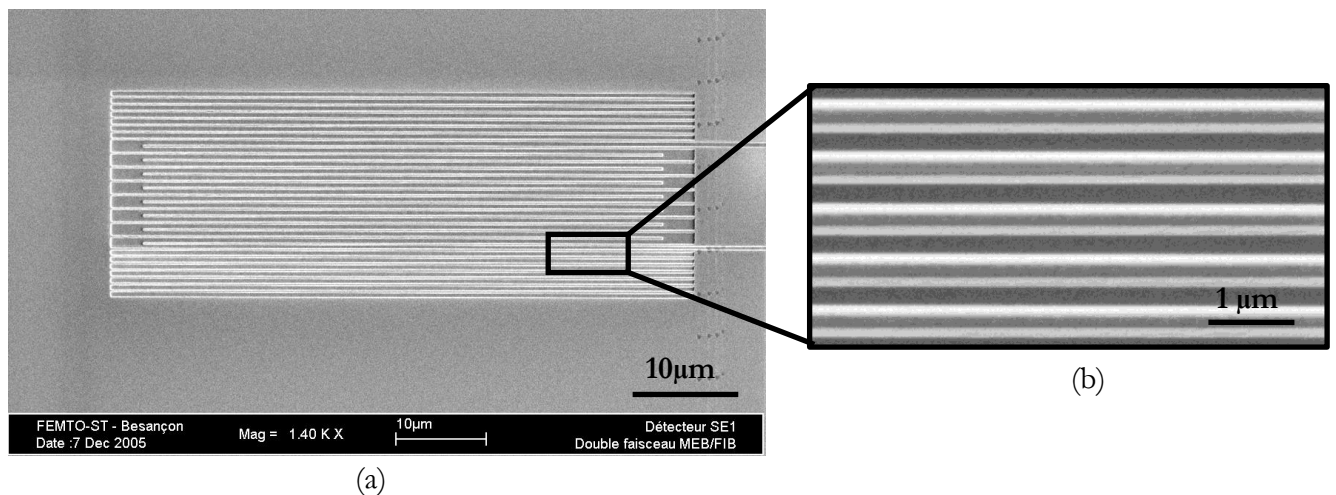


Figure 4-1 - Image MEB d'un résonateur réalisé sur LiNbO₃ : (a) vue générale et (b) gros plan sur les électrodes vue de dessus.

I - 3 - Résonateur sur substrat de PZT

I - 3 - 1 - Croissance du film de PZT

La croissance épitaxiale des films de $\text{Pb}(\text{Zr}_{0,2}\text{Ti}_{0,8})\text{O}_3$ est réalisée sur substrat cristallin de $\text{SrTiO}_3(001)$ par pulvérisation magnétron à une température de 180°C et à une pression de 180 mTorr (atmosphère contrôlée O_2/Ar). Le substrat choisi permet d'optimiser l'accord du paramètre de maille avec celui du PZT. L'analyse par diffraction X, dont le résultat est donné sur la Figure 4-3 (a), confirme la haute qualité cristalline et l'orientation selon l'axe c du film ainsi obtenu. La *rocking curve* autour du pic (001) du PZT présente une largeur à mi-hauteur maximale

de $0,025^\circ$, ce qui correspond à la dispersion observée pour le pic (001) du matériau du substrat. On peut ainsi garantir la qualité de l'épithaxie, sans quoi cette valeur serait dix fois plus grande. La mesure par AFM révèle une rugosité RMS de seulement 1,2 nm sur une surface de $1 \mu\text{m}^2$, valeur proche de celle de la surface initiale, tout à fait compatible avec nos applications. La stabilité thermique de la couche a également été mesurée, présentant une température de Curie de l'ordre de 680°C (Figure 4-3), valeur remarquablement élevée vis-à-vis des propriétés habituelles du PZT granulaire. L'influence du SrTiO_3 est à prendre en considération dans ce phénomène, puisque le paramètre de réseau de la couche suit celui du substrat. Ce résultat confirme par ailleurs l'hypothèse généralement adoptée lors de la modélisation du coefficient de température pour les substrats multicouches utilisés pour des applications à OES [120]. Des couches, d'épaisseur comprise entre 150 nm et 200 nm et fabriquées par cette méthode, vont être évaluées pour des applications RF dans les deux paragraphes suivants.

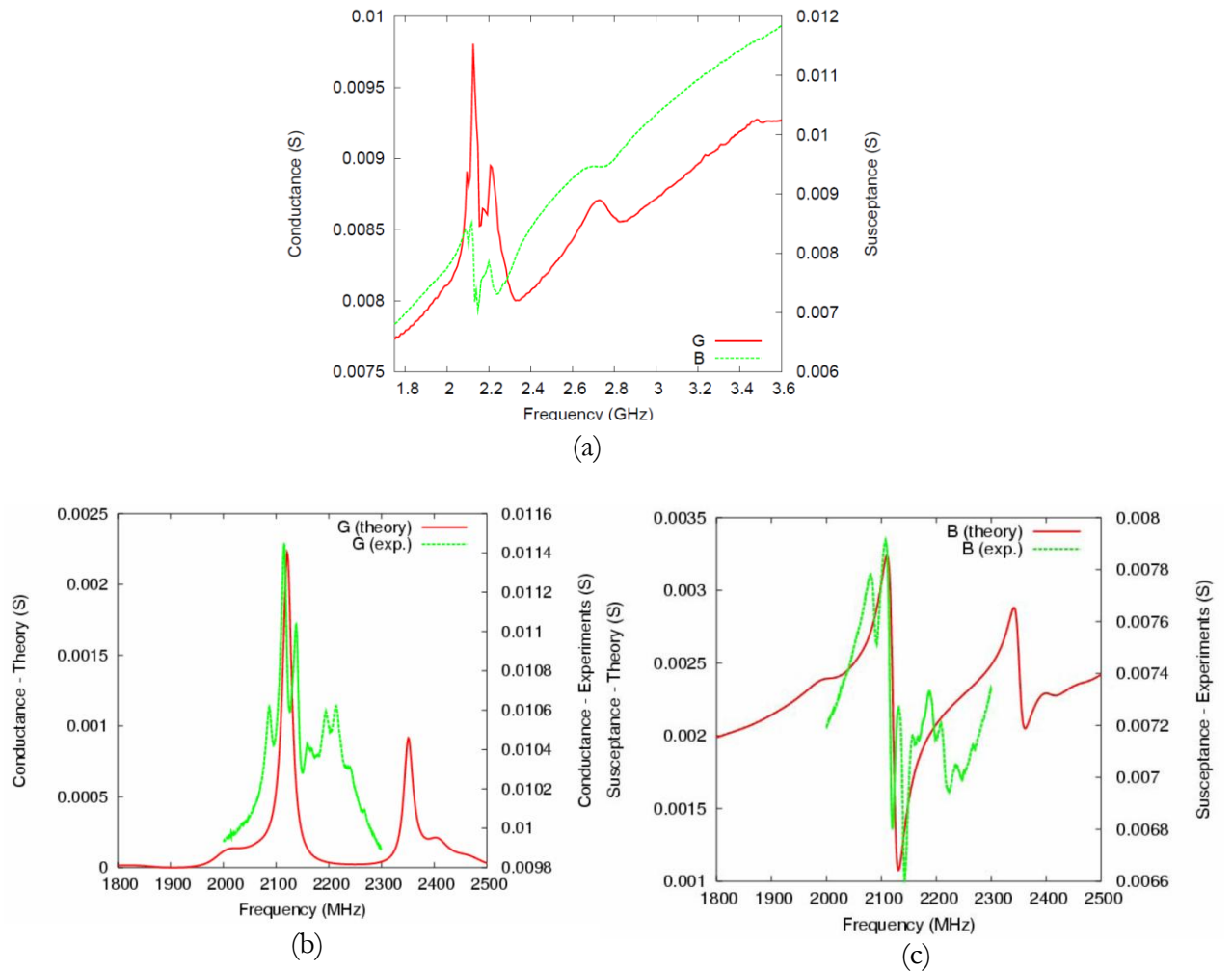


Figure 4-2 – (a) Conductance et susceptance d'un résonateur fabriqué par FIB sur LiNbO_3 YX. Zoom et comparaison avec la théorie pour la conductance (b) et la susceptance (c) du même résonateur.

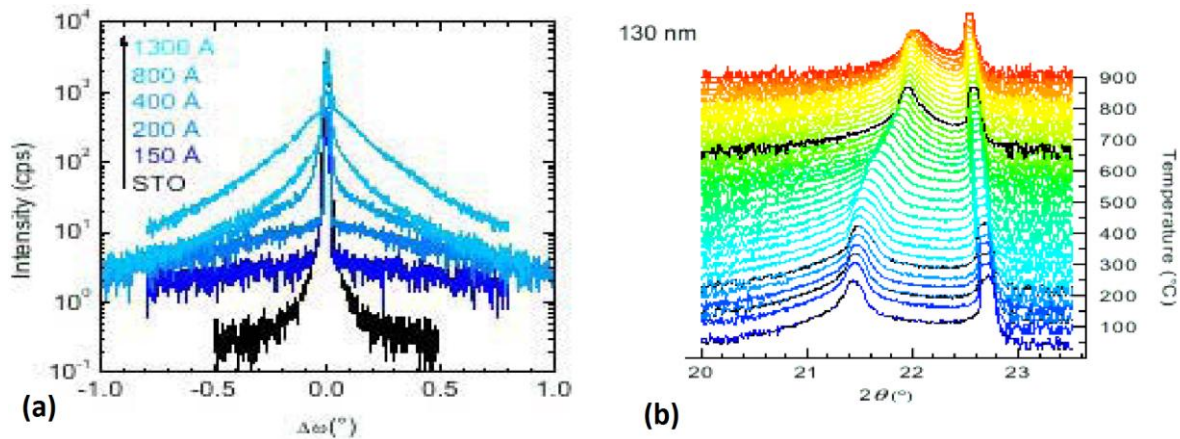


Figure 4-3 - Caractérisation de la couche de PZT déposée sur substrat de SrTiO_3 : (a) caractérisation par rayons X (rocking curve) et (b) caractérisation thermique de la couche, la ligne noire représente la position de la température de Curie.

I - 3 - 2 - Conception et fabrication des résonateurs

Etant donnée la stabilité de la gravure obtenue grâce au réaligement basé sur des marques lors de la réalisation du résonateur sur LiNbO_3 , nous avons décidé d'augmenter le nombre d'électrodes. De plus, n'ayant pas atteint la limite de résolution des électrodes dans le cas précédent, nous avons augmenté cette résolution (conduisant à une augmentation de la fréquence de fonctionnement) pour tester au mieux les capacités opérationnelles du PZT pour les applications RF. Ainsi, le transducteur est composé de 10 paires d'électrodes, entouré de miroirs composés chacun de 20 électrodes. La période est fixée à 500 nm, l'ouverture acoustique à 40 μm , et l'épaisseur d'aluminium à 50 nm. La méthode de compensation automatique de dérive durant la gravure est cette fois utilisée, permettant la fabrication de manière autonome de chaque dispositif dans un champ d'écriture de 100 μm x 100 μm . Le plot de contact est toujours réalisé dans un second temps. La Figure 4-4 (a) est une vue globale du dispositif : on visualise le résonateur, les marques d'alignement, et le plot de contact. La Figure 4-4 (b) est une vue des électrodes en gros plan ; elle met en évidence la qualité de la gravure, du point de vue de la définition et de la rugosité des électrodes. 40 passages ont été nécessaires dans ce cas pour obtenir un dispositif non court-circuité.

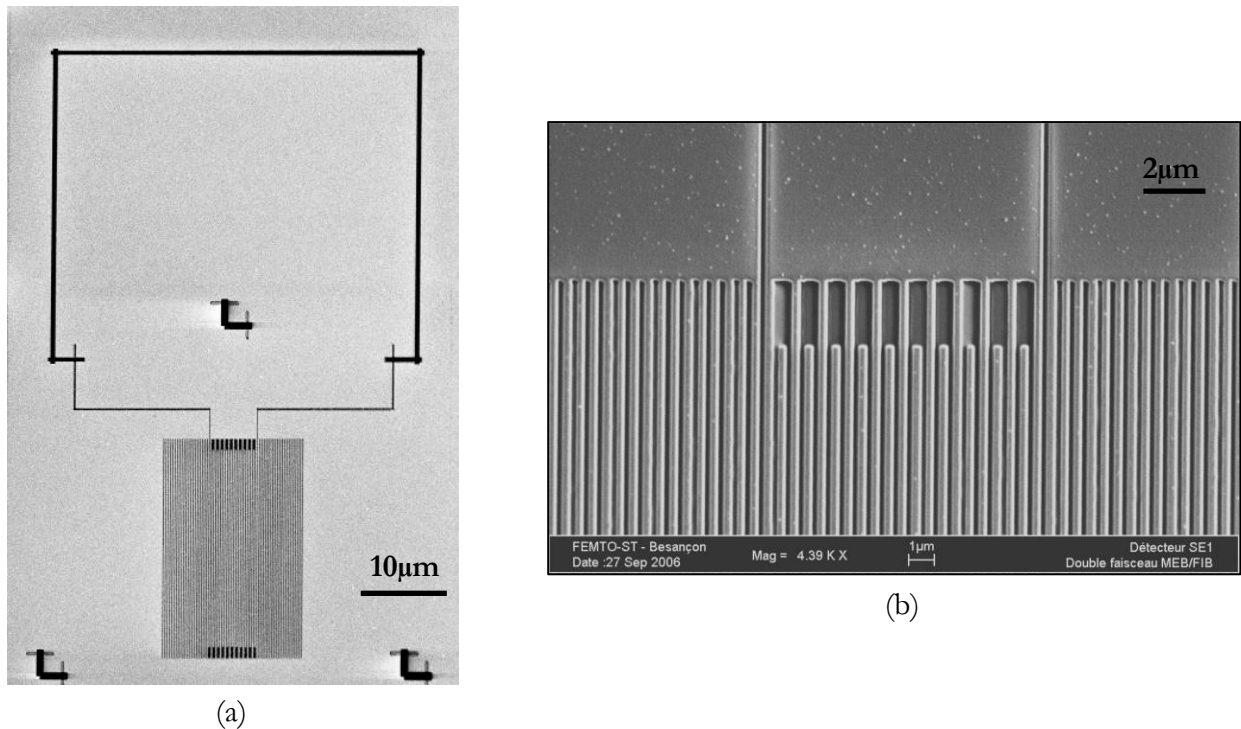


Figure 4-4 - Image MEB d'un résonateur réalisé sur PZT : (a) vue générale, (b) gros plan sur les électrodes.

I - 3 - 3 - Caractérisation électrique

De nombreux échantillons ont été testés, couplés à une optimisation des procédés de gravure. Nous reportons ici les caractérisations effectuées sur les deux couches ayant donné les meilleurs résultats, avec une optimisation du nombre de passages selon la même méthode que précédemment (valeur optimale 40 passages). Quatre résonateurs ont ainsi été fabriqués sur chacun des deux échantillons ayant pour le premier une épaisseur de PZT de 150 nm, et pour le second une épaisseur de 200 nm [121]. Les huit résonateurs donnent une réponse électrique, et les réponses des deux meilleurs résonateurs sont données sur la Figure 4-5. On observe deux réponses bien marquées à 3,65 GHz et 4,85 GHz pour le résonateur sur couche de 150 nm, et à 3,55 GHz et 4,55 GHz pour celui sur couche de 200 nm. Ces deux réponses correspondent aux modes 1 et 2 du guide ainsi constitué (assimilables à des modes de polarisation elliptique), ayant des vitesses de propagation respectives de 3000 et 4200 m.s⁻¹. Les réponses théoriques calculées dans le cas idéal (sans pertes) sont superposées aux réponses expérimentales sur la Figure 4-5 et mettent en évidence l'accord entre théorie et expérience. Cependant, celui-ci n'a été possible qu'en modifiant les épaisseurs de la couche de PZT dans le calcul de la réponse théorique. Ainsi, l'épaisseur simulée dans le cas de la couche de 150 nm de PZT est de 100 nm, et de 125 nm pour la couche de 200 nm.

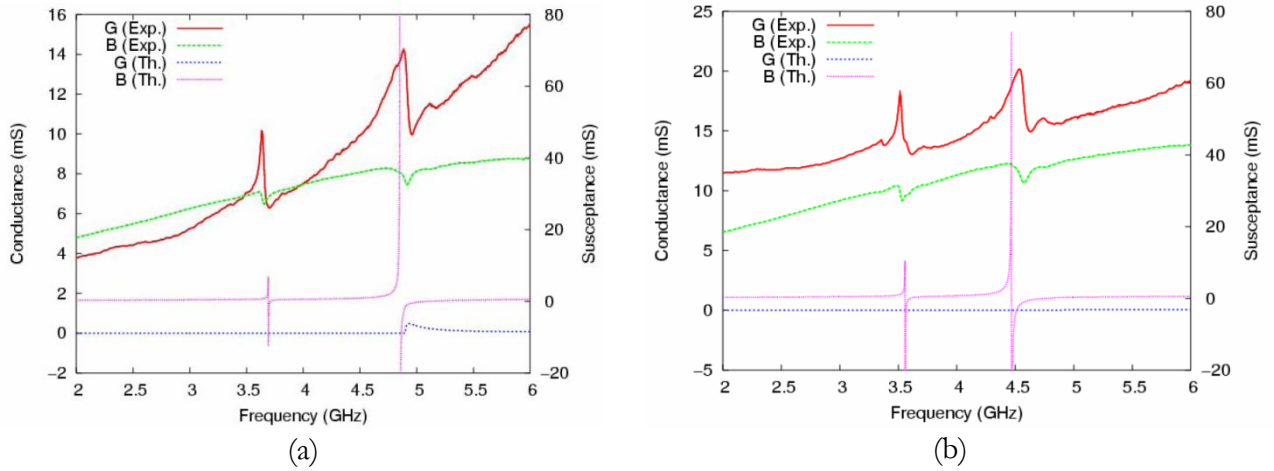


Figure 4-5 – Réponses électriques de deux résonateurs fabriqués sur couche de PZT : conductance expérimentale en trait plein rouge et théorique en trait fin plein mauve, susceptance expérimentale en pointillés verts et théorique en pointillés fins bleu - (a) couche de 150nm de PZT, (b) couche de 200nm de PZT.

Ceci peut certainement être expliqué par la surgravure ainsi que par l'implantation de gallium imposées par notre méthode de définition des électrodes, modifiant la structure de la couche de PZT. Dans cette deuxième hypothèse, l'accès à un jeu de constantes matériaux fiable n'est plus possible et seule une estimation des conditions d'excitation des ondes peut être proposée. Si l'on compare les résultats obtenus sur PZT à ceux obtenus sur LiNbO_3 , on observe des pertes plus importantes dans le cas du PZT. Une explication peut être que le substrat, même épitaxié et présentant les propriétés données dans le paragraphe I-3-1, n'a pas une qualité cristalline aussi parfaite que celle d'un cristal monolithique. De plus, il est difficile de comparer de manière directe ces résultats. En effet, bien que les paramètres de fabrication utilisés soient identiques, il est impossible d'être sûr que la surgravure soit identique. Des tests ont été effectués pour essayer de mieux caractériser l'épaisseur gravée, notamment en réalisant une *cross-section* au FIB, mais le résultat n'a pas été probant pour différentes raisons, notamment l'impossibilité d'effectuer un dépôt localisé afin de protéger la zone à caractériser (pas d'IBID sur notre station), et une résolution insuffisante de notre MEB pour caractériser des épaisseurs inférieures à 50 nm.

Les facteurs de couplage sont compris dans une fourchette de 1 % à 3 %, avec des facteurs de qualité allant jusqu'à 100. La dérive en température de la fréquence, pour le résonateur fabriqué sur une couche de 200 nm de PZT, est donnée par une fonction linéaire dont le coefficient $^0\alpha$ vaut -79 ppm.K^{-1} . Cette dérive est certainement amplifiée par le substrat de SrTiO_3 .

I - 4 - Conclusion

Nous avons mis en évidence la capacité du FIB à réaliser des électrodes de période 500 nm, et l'intérêt de couches de PZT épitaxiées pour des applications RF. En effet, des résonateurs fonctionnant dans la gamme 3 – 5 GHz ont été fabriqués et testés. De meilleures résolutions que 250 nm semblent atteignables avec cette technologie, étant donnée la qualité des électrodes obtenues lors de ces essais, mais les limitations induites par le bombardement ionique (surgravure, modification structurelle) ne nous permettent pas d'envisager des réalisations qui conviendraient à nos objectifs. Nous avons cependant mis en évidence l'intérêt des céramiques PZT épitaxiées pour des applications RF, en obtenant des coefficients de couplage compris entre 1 et 3 %, des fréquences de résonance jusqu'à 5 GHz, et des coefficients de qualité de 100 dans le meilleur des cas. Là encore, un produit Qf de $3,5.10^{11}$ ne permet pas d'envisager une solution viable au regard de nos objectifs. La synthèse de ce matériau, encore au niveau exploratoire, devra être orientée vers des moyens d'épitaxie sur substrat de plus grande dimension (au minimum 1 cm^2) pour pouvoir être compatible avec des procédés classiques de lithographie, afin que ses limites opérationnelles soient mises en évidence de manière optimale.

II - Réalisation de résonateurs sur substrats composites Silicium / Diamant / Couche piézoélectrique

Il s'agit dans cette partie d'identifier une combinaison de matériaux (diamant / couche piézoélectrique) permettant la fabrication de résonateurs à haute fréquence. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, le diamant va être utilisé en tant que guide d'onde pour obtenir des vitesses de propagation de l'ordre de 10000 m.s^{-1} ; ce matériau n'ayant pas de propriétés piézoélectriques, une couche ayant ces propriétés va être déposée à sa surface.

Les substrats ont ainsi cheminé entre trois laboratoires, le premier étant chargé de la fabrication de la couche de diamant, le second du dépôt de la couche piézoélectrique, et le dernier de fabriquer et de tester les résonateurs. Etant donné le nombre de partenaires, de nombreuses combinaisons de matériaux ont été envisagées et testées, mais nous ne reportons ici que les solutions ayant permis d'atteindre le résultat attendu : il s'agit d'un empilement ZnO / Diamant nanocristallin.

Après un bref résumé de l'étape de conception des résonateurs, nous présenterons la synthèse du diamant par la méthode de MPCVD au CEA-LIST, puis le dépôt de la couche de ZnO par pulvérisation cathodique au LPMIA. Dans un second temps, nous expliquerons le procédé de fabrication des résonateurs qui a été mis en place dans ce travail de thèse : les substrats ayant une taille de l'ordre de quelques cm^2 , ils ne sont pas compatibles avec une étape de lithographie UV par projection, mais sont en revanche d'excellents candidats pour une étape de lithographie électronique car leur surface est suffisamment grande pour une enduction par centrifugation de la résine PMMA. Enfin, nous terminerons par une présentation des résultats obtenus.

II - 1 - Conception des résonateurs

Grâce aux moyens de simulation de l'équipe CoSyMa, dédiés à la simulation et à la conception de dispositifs à ondes de surface, nous avons défini des points de fonctionnement optimum pour la réalisation de résonateurs [122]. Des structures simples ont été privilégiées, du type résonateur synchrone, car elles sont faciles à mettre en œuvre et permettent d'avoir accès à un grand nombre d'informations du type couplage, vitesse de phase et pertes de propagation. De même, une configuration unique d'électrodes a été retenue, consistant à déposer les peignes inter-digités en

surface supérieure du film piézoélectrique. Nous visons initialement une fréquence de fonctionnement de 5 GHz pour jalonner les difficultés technologiques, avec l'objectif d'atteindre à terme la bande X. En fixant l'épaisseur de la couche de diamant à 5 μm , nous avons vérifié que celle-ci occultait à la propagation acoustique la présence d'un substrat d'impédance acoustique inférieure. La Figure 4-6 montre les courbes de dispersion qui permettent d'établir les points de fonctionnement optimum à 5 GHz. Nous reportons ici les valeurs de point de fonctionnement pressenties avec e l'épaisseur de la couche de ZnO et f la fréquence de résonance ; le meilleur couplage électromécanique et la vitesse de phase la plus élevée sont obtenus, tout en assurant la pureté spectrale, pour le mode 3, dans la zone :

$$1,75 < f.e < 2,25 \text{ km.s}^{-1},$$

équation qui permet de fixer l'épaisseur de ZnO optimale à 400 nm.

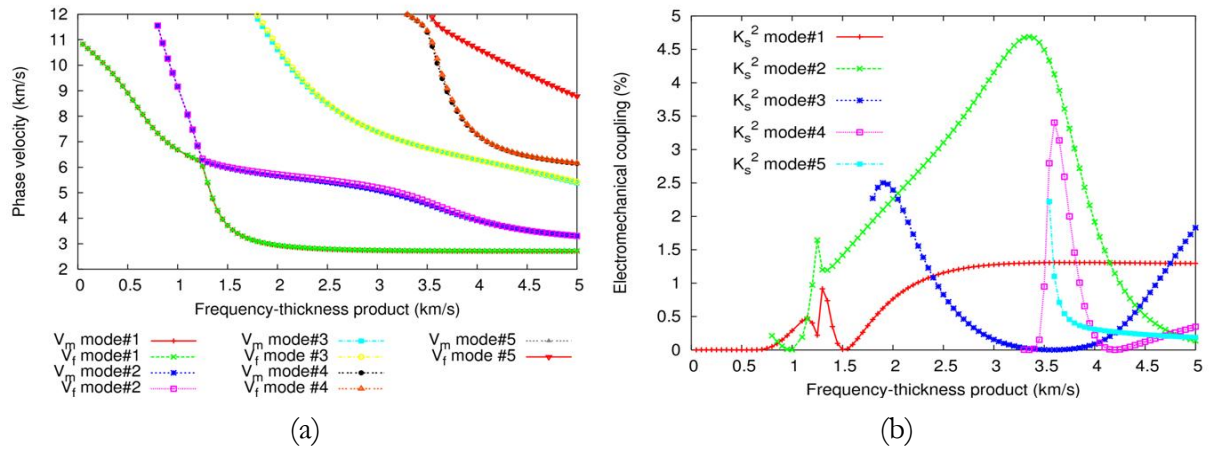


Figure 4-6- Courbes de dispersion pour la combinaison ZnO/C-diamant/Si : vitesse de phase (a) et couplage électromécanique (b) en fonction du produit (fréquence x épaisseur).

Nous utilisons ensuite un modèle de couplage éléments finis/éléments de frontières [120] pour simuler la propagation des ondes sous un réseau périodique d'électrodes en aluminium, afin d'optimiser la structure des résonateurs. Nous avons particulièrement étudié l'évolution de la vitesse de phase, du facteur de couplage électromécanique et du coefficient de réflexion sur électrode d'aluminium en fonction de la forme de celle-ci. Les paramètres optimisés (épaisseur relative - b/λ , et rapport de métallisation - a/p) ont été déduits des courbes de dispersion et sont reportés ici :

$$p = 1,04 \mu\text{m} ; b/\lambda = 5 \% ; a/p = 0,65,$$

avec b et a respectivement l'épaisseur et la largeur de l'électrode, et p la période entre les électrodes. Les valeurs attendues en termes de vitesse de phase et de couplage sont respectivement de 10190 m.s^{-1} et de $0,9 \%$.

Exploitant alors ces dernières caractéristiques, des dispositifs simple- et double-ports ont été considérés pour les calculs par matrice mixte. Deux types de structures, l'une synchrone et l'autre comportant une cavité centrale [123] ont été simulées. Le nombre de paires de doigts dans le transducteur a été fixé à 100 pour favoriser la dynamique de réponse électrique. Les miroirs sont quant à eux composés de 200 électrodes afin de permettre une réflexion quasi totale des ondes. L'ouverture acoustique a été fixée suffisamment large (40λ) de sorte à éviter tout phénomène de diffraction indésirable. Ce type de structures est de plus compatible avec un procédé de lithographie électronique (temps d'insolation inférieur à 1 h).

Nous notons que les résonateurs quadripôles tirent particulièrement parti de la structure comportant une cavité, bien que leurs longueurs laissent craindre des pertes importantes à ces fréquences (longueur = $10,25 \lambda$ dans ce cas précis). Ces structures consistent à insérer au milieu du résonateur un interstice non métallisé destiné à favoriser une interférence constructive en milieu de bande d'arrêt. Un exemple de réponse prévue est donné en Figure 4-7. Dans tous les calculs effectués pour cette étape de conception, nous avons négligé les pertes intrinsèques des matériaux mis en jeu. Il est bien entendu que ce cas idéal ne s'avèrera pas en pratique et que les matériaux déposés sous forme de films minces, par leur texture même, présentent généralement plus de pertes que les monocristaux.

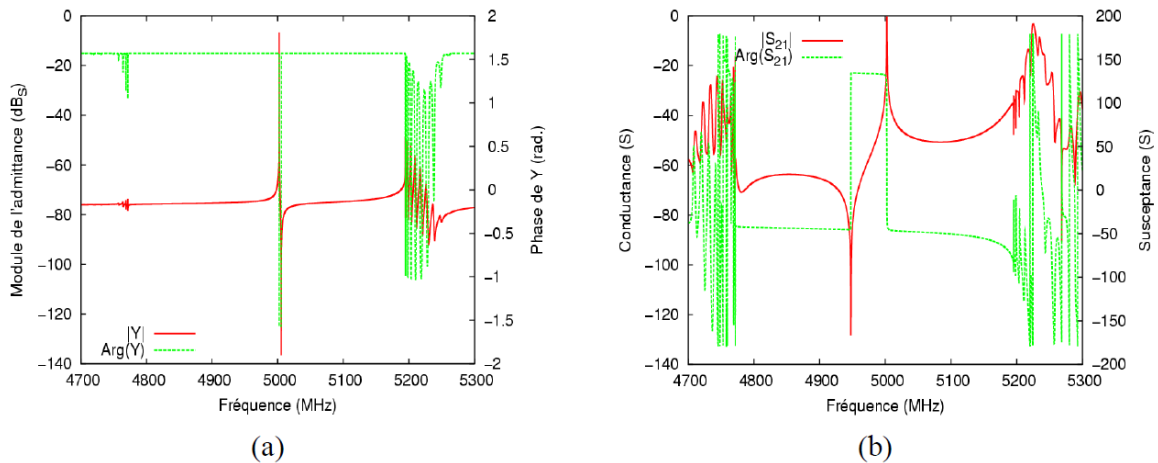


Figure 4-7 - Réponses théoriques de résonateurs composés d'une cavité de $10,25\lambda$ simple- (a) et double- (b) ports sur empilement Si / Diamant nanocristallin / ZnO ($p = 1,04 \mu\text{m}$; $a/p = 0,6$; $h = 100 \text{ nm}$).

Notons enfin que les résonateurs à deux ports électriques recueillent en général plus de succès pour la synthèse de fréquence que les dipôles. Ceci s'explique par la simplicité de mise en œuvre d'oscillateurs à contre-réaction stabilisés par de tels résonateurs, puisqu'il suffit en première approximation de régler le gain et la phase de la boucle pour obtenir un signal exploitable.

II - 2 - Fabrication des substrats composites

II - 2 - 1 - La couche de diamant nanocristallin

La méthode généralement utilisée pour la synthèse du diamant nanocristallin est la MPCVD (Microwave Plasma assisted Chemical Vapor Deposition). Le plasma est obtenu à partir d'un mélange d'argon, d'hydrogène et de méthane. Les principaux paramètres de dépôt sont la température, la pression et la composition du gaz porteur au sein de la chambre de réaction, ainsi que l'énergie d'excitation radio fréquence du plasma. La densité de nucléation est ajustable en fonction des paramètres expérimentaux utilisés et conditionne d'une part la densité du film résultant et d'autre part la taille des grains le composant.

Cette partie sera consacrée dans un premier temps à la présentation d'une méthode légèrement différente pour la synthèse du diamant nanocristallin, puis dans un second temps à la réalisation de films de diamant autosupportés ayant pour caractéristique une rugosité de surface plus faible que les premiers.

i - La technique de BEN-MPCVD

La méthode utilisée dans le cadre de ce travail est dite de BEN^a-MPCVD [124]. Elle diffère de la MPCVD essentiellement par des conditions de vide plus poussées (3.10^{-9} mbar), et par la possibilité de polariser le porte-substrat à l'aide d'un champ électrique statique. La Figure 4-8 montre schématiquement le principe de l'approche qui a été optimisée pour améliorer la densité de nucléation afin de favoriser des conditions de croissance répétables et maîtrisées. Le protocole de synthèse est divisé en trois étapes. La première consiste à exposer le substrat de silicium à un plasma hydrogène-méthane pendant une durée de 5 min afin de stabiliser les paramètres du procédé. Au cours de cette exposition, l'oxyde natif de silicium est éliminé et un film mince (2 à 3 nm) et continu de carbure de silicium se forme. La seconde étape du procédé consiste à appliquer une tension de polarisation négative sur le porte-échantillon pendant une durée de

^a BEN : Bias Enhanced Nucleation

10 min. Le bombardement ionique de la surface induit la nucléation et la croissance de nanocristaux de diamant dont la densité est supérieure à 10^{11} cm^{-2} . Enfin, la dernière étape est une étape de croissance de diamant nanocristallin. Cette structure est obtenue via une nucléation secondaire intense permise par une forte concentration de méthane dans le mélange gazeux. La durée de cette étape est ajustée de façon à obtenir l'épaisseur souhaitée.

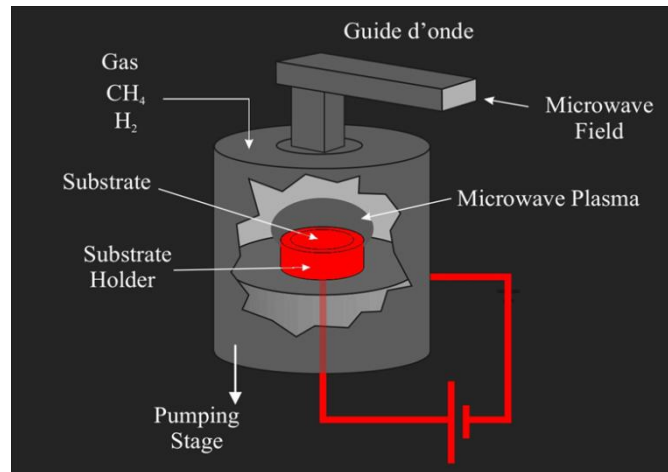


Figure 4-8 – Schéma de principe du bâti de croissance par méthode BEN-MPCVD.

La morphologie des films a été caractérisée par MEB et par microscopie à force atomique, et leur structure a été analysée par XPS, ceci afin d'identifier le meilleur candidat. Les résultats de caractérisation pour la couche la mieux adaptée à nos applications sont donnés sur la Figure 4-9. Cette couche a été synthétisée avec les paramètres suivants :

- Puissance micro-onde : 1100 W
- Pression : 35 hPa
- Température : 1023°C
- Polarisation : 0 V
- %CH₄ dans H₂ : 10 %

L'analyse XPS (reportée Figure 4-9 (c)) de cette couche montre une forte contribution du carbone en hybridation sp³ propre au diamant (77%), une contribution plus faible (23%) pouvant être attribuée à la présence de phases moins ordonnées. La rugosité du film est de 10-15 nm RMS. Comme nous le verrons dans le paragraphe suivant, ce type de substrat a permis la réalisation de résonateurs mais la rugosité de ce type de film empêche l'obtention d'une définition optimale des électrodes. Bien que délicate à mettre en œuvre, nous avons alors décidé de nous

tourner vers une solution fondée sur l'utilisation de la face de nucléation afin d'obtenir des rugosités plus faibles.

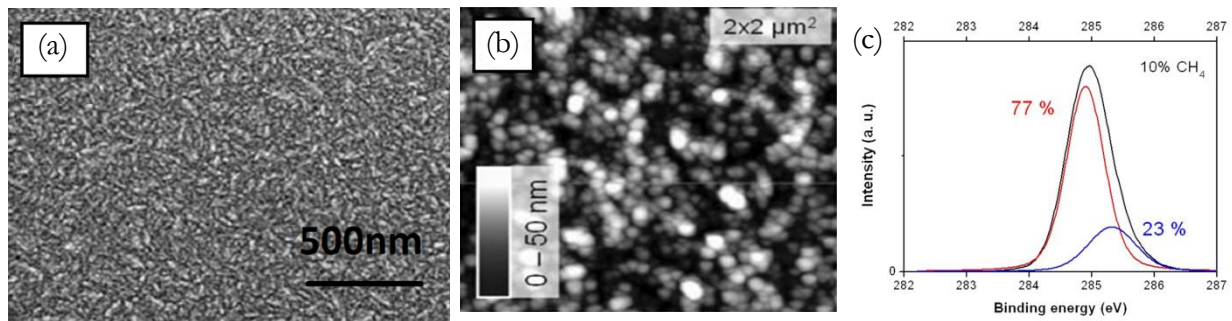


Figure 4-9 – Caractérisation de la couche de diamant nanocristallin obtenue avec les paramètres suivants : $P = 1100$ W, $P = 35$ hPa, $T = 1023^\circ\text{C}$, $\%\text{CH}_4 = 10\%$ - (a) image MEB de la surface du dépôt, (b) caractérisation AFM de la surface du dépôt, (c) spectre XPS réalisé in-situ.

ii - Réalisation de films de diamant autosupportés

Cette solution consiste donc en la réalisation de films épais de diamant autosupportés. Pour cela, un substrat de silicium de rugosité RMS 2 nm sert de support à la croissance du film, puis est retiré par gravure humide (mélange HF:HNO₃, ratio 1:1). Deux approches ont été étudiées pour la fabrication. La première est dite de nanoseeding [125] et consiste à disperser à la surface de l'échantillon des nanoparticules de diamant de taille 10 nm. Ces nanoparticules vont servir de germes à la croissance du film diamant. L'échantillon subit ensuite une croissance MPCVD dont les conditions sont les suivantes : $P = 4500$ W, $P = 100$ hPa, $T = 840^\circ\text{C}$, $\%\text{CH}_4 = 5\%$, $\%\text{N}_2 = 1\%$, $t = 111$ h. Ces paramètres permettent d'obtenir un film autosupporté d'épaisseur 300 μm et de rugosité RMS 2 nm, particulièrement intéressant pour les applications visées. La seconde solution utilise la nucléation par BEN-MPCVD. Dans ce cas, ce ne sont plus des nanoparticules qui servent d'amorce mais le bombardement ionique lui-même qui induit la nucléation et la croissance de nano-cristaux de diamant. Cette étape dure 15 minutes et conduit à la formation de nano-cristaux avec une densité supérieure à 10^{11} cm^{-2} , suivie d'une première étape de croissance de 24 h pour former un film mince de diamant. Le substrat est ensuite transféré dans un réacteur de MPCVD pour obtenir, comme dans le cas précédent, un film de diamant de 300 μm d'épaisseur. Dans ce cas également, la mesure par microscopie à force atomique permet de constater une très faible valeur de rugosité RMS de 2 nm.

II - 2 - 2 - La couche d'oxyde de zinc (ZnO)

Au début du projet, trois types de matériau piézoélectrique en couches minces avaient été envisagés, le LiNbO_3 , l' AlN et le ZnO , mais les développements expérimentaux ont montré que seule la couche de ZnO s'avérait efficace pour les réalisations pratiques de résonateurs, c'est-à-dire présentant une rugosité de surface conforme à celle du film de diamant, mais surtout capable de convertir efficacement l'énergie injectée dans le transducteur. Cette couche est déposée par pulvérisation magnétron RF sur le substrat de diamant [126] grâce à un bâti Alliance Concept AC450 équipé d'une cathode de zinc de 100 mm de diamètre et d'un porte substrat rotatif pour permettre une meilleure homogénéité du dépôt. Les paramètres du dépôt sont les suivants :

- $P = 2.10^{-3}$ mbar
- $T = 450^\circ\text{C}$
- débit Ar = 7 sccm
- débit $\text{O}_2 = 18$ sccm
- $P = 100$ W
- DC bias = 126 V
- $t = 24$ min (pour 400 nm)

La Figure 4-10 illustre les propriétés structurales des couches de ZnO , montrant d'une part l'étroitesse du pic de rocking curve indiquant une orientation cristalline maîtrisée, ainsi qu'une texture dense.

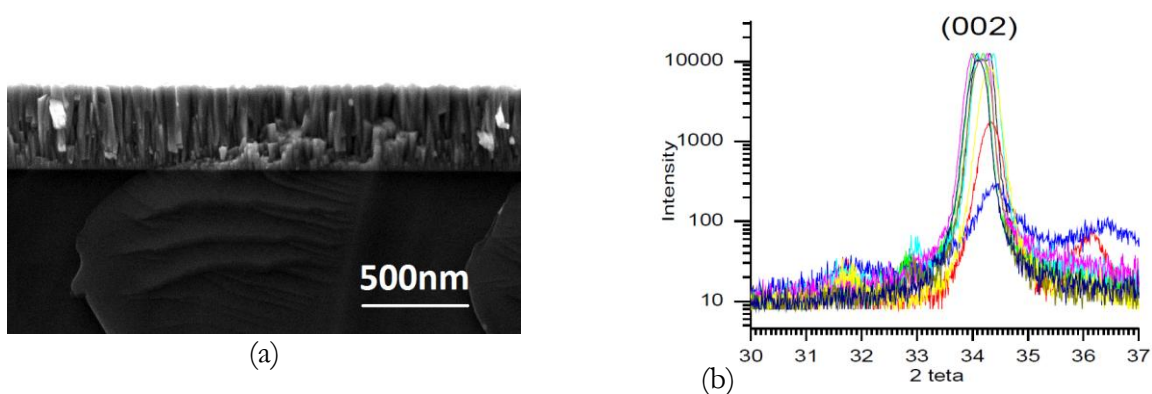


Figure 4-10 – Caractérisation de la couche de ZnO déposée par pulvérisation magnétron – (a) : image MEB permettant d'observer la texture de la couche et (b) : spectre rayon X (rocking curve) de la couche.

II - 2 - 3 - Conclusion

Nous avons vu trois méthodes pour obtenir des substrats en diamant nanocristallin. La première consiste à réaliser un film de diamant sur un substrat de silicium par BEN-MPCVD, dont la rugosité RMS est de l'ordre de 10-15 nm. Les deux autres consistent en la réalisation de films autosupportés d'épaisseur 300 μm , dont la face de nucléation présente une rugosité de 2 nm RMS compatible avec les applications visées. Nous avons ensuite présenté les caractéristiques de la couche piézoélectrique de ZnO déposée à la surface. Nous allons exposer dans la partie suivante l'étape de lithographie électronique permettant la fabrication des résonateurs.

II - 3 - Fabrication des résonateurs sur substrats composites

L'équipement Raith e_Line ainsi que les propriétés de la résine PMMA ont été présentés dans le chapitre 2. Nous allons exposer ici de manière plus précise les structures envisagées, l'enchaînement des étapes conduisant à la réalisation d'un résonateur, ainsi que les caractérisations structurelles des dispositifs.

Afin de mettre en évidence la potentialité de l'empilement décrit précédemment, deux types de résonateurs vont être fabriqués ; la Figure 4-11 les présente sous forme de fichiers au format gdsii, directement compatibles avec le logiciel de la station Raith e_Line. La première structure est un résonateur simple-port synchrone composé de 50 paires d'électrodes dans le transducteur et de 200 électrodes dans les miroirs. La seconde structure est un résonateur double-ports (comportant une cavité) composé de 38 paires d'électrodes dans chaque transducteur, et également de 200 électrodes dans les miroirs. La cavité centrale mesure 20,5 μm (soit 10,25 λ). L'ouverture acoustique est fixée à 150 μm (soit 75 λ) afin de se prémunir de tout effet de diffraction, la période à 1 μm ($a/p = 0,6$) et l'épaisseur de métal à 100 nm. Un dernier élément a été ajouté à cette mise en œuvre et a consisté à effectuer une recharge métallique sur les bus de contact pour permettre un meilleur contact lors du test sous pointes ainsi qu'une connexion aisée lors de la mise en boîtier.

Il s'agit là de paramètres compatibles avec l'étape de lithographie et qui devraient permettre de fixer les idées quant au comportement de ce type de matériaux. Les fréquences de résonance attendues sont de l'ordre de 5 GHz. En fonction des résultats obtenus, d'autres structures pourront être développées, en travaillant à une longueur d'onde de 1 μm par exemple.

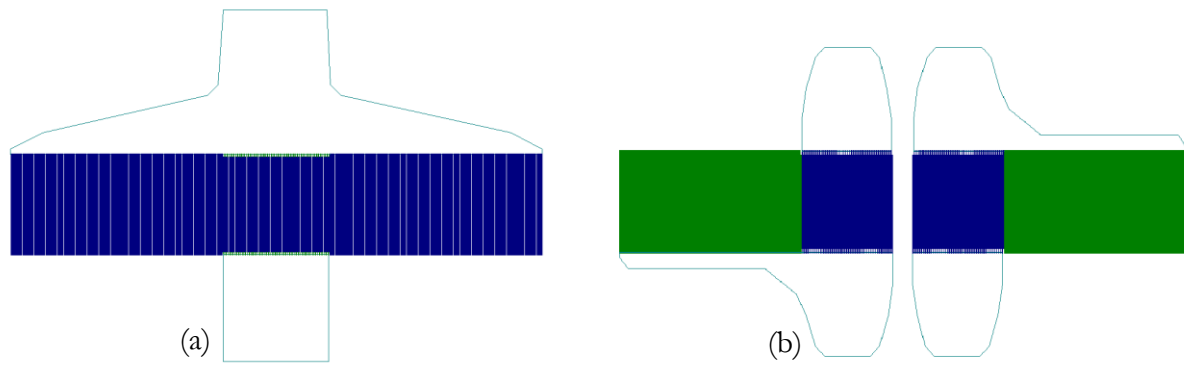


Figure 4-11 – Exemples de fichiers gdsii : structure simple-port (a) et double-ports (b).

II - 3 - 1 - Procédé mis en œuvre

La Figure 4-14 présente le synoptique complet conduisant à la réalisation d'un résonateur. L'échantillon ayant transité entre différents laboratoires hors salle blanche, la première étape, cruciale, est le nettoyage. Il consiste à plonger successivement l'échantillon dans trois bains avec assistance ultrasonique, d'abord acétone, puis eau, puis éthanol. La surface de l'échantillon est ensuite activée par plasma oxygène juste avant l'enduction (RIE Plassys, $P = 100\text{ W}$, $P = 100\text{ }\mu\text{bar}$, $d_{02} = 20\text{ sccm}$), afin de promouvoir l'adhérence de la résine PMMA. Cette dernière est alors couchée sur le substrat par centrifugation grâce à une tournette Karlssüs RC8 puis recuite. Après un temps d'attente de 4 h permettant au film de PMMA de se relaxer, une couche de chrome de 10 nm est déposée par pulvérisation (système Plassys). Elle permet d'éviter l'accumulation de charges à la surface pendant l'étape d'insolation électronique réalisée avec le système Raith e_Line. Avant le développement, la couche de Cr est gravée dans une solution dédiée, puis l'échantillon est plongé dans un bain de MIBK/IPA qui va dissoudre les zones de PMMA insolées. Ensuite, une couche d'aluminium de 50 nm est déposée par évaporation grâce à un bâti EVA450 d'Alliance Concept, puis l'étape de *lift-off* est réalisée dans un bain de remover 1165. L'étape de recharge est également réalisée par *lift-off* grâce à la résine TI09XR qui permet, grâce à un recuit d'inversion, d'obtenir un profil adéquat. La résine TI09XR est insolée grâce à un aligneur SET MG1410. La couche d'aluminium de 200 nm est également réalisée par évaporation, et le *lift-off* dans un bain de remover 1165.

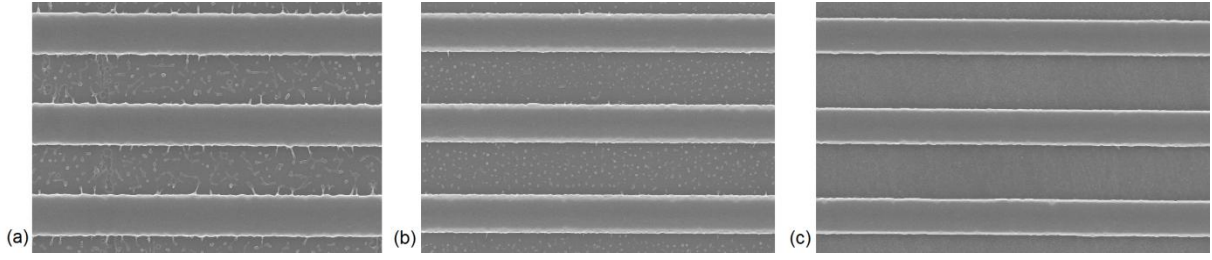


Figure 4-12 – Test afin d’optimiser la dose d’insolation : (a) dose 130 $\mu\text{C.cm}^{-2}$, (b) dose 150 $\mu\text{C.cm}^{-2}$ et (c) dose 165 $\mu\text{C.cm}^{-2}$.

Concernant les paramètres utilisés pour gérer le faisceau électronique, certaines optimisations ont été réalisées. Tout d’abord, la dose ainsi que la taille de sonde ont été optimisées pour obtenir des électrodes bien définies, c’est-à-dire présentant une faible rugosité de bord et un fond de tranchée libre de toute trace de PMMA. La dose nécessaire est de 165 $\mu\text{C.cm}^{-2}$, et l’utilisation d’un diaphragme de diamètre 10 μm (courant sonde de l’ordre de 30 pA) permet d’obtenir des électrodes bien définies, même si une légère rugosité est encore présente comme on peut le constater sur la Figure 4-12 (c). Pour un gain de temps, les bus de contact seront quant à eux réalisés avec un diaphragme de 30 μm (courant sonde de l’ordre de 220 pA). La dose et la sonde étant fixées, nous avons ensuite recherché la valeur de bias nécessaire à l’obtention de la taille requise des électrodes, et nous avons trouvé qu’une valeur de -80 nm doit être appliquée. Ces paramètres établis, nous sommes passés au cas réel et nous nous sommes alors heurtés aux effets de proximité. La structure du résonateur n’étant pas parfaitement homogène, des corrections sont à appliquer, notamment aux électrodes placées en bord de structures, et aux bouts des électrodes constituant le transducteur. En effet, ces zones voient une quantité plus faible d’électrons, et nécessitent ainsi un facteur correctif afin d’augmenter localement la dose. La dose est alors définie par $dose_{locale} = f_{cor} \times dose$, avec f_{cor} le facteur correctif. Ces facteurs sont déterminés aisément de façon empirique en faisant des tests d’insolation pour différentes valeurs de f_{cor} . Un exemple de correction est présenté sur la Figure 4-13 : les parties vertes ont un facteur correctif de 1, tandis que les zones rouges ont un facteur correctif de 1,5.

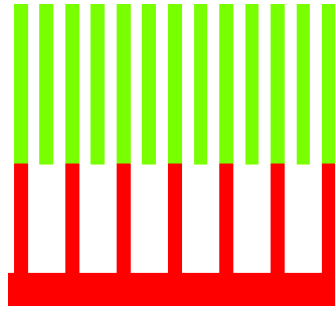


Figure 4-13 - Exemple de correction des effets de proximité à l'intérieur du transducteur : une dose 1,5 fois plus importante est appliquée sur les zones rouges, comparativement aux zones vertes.

Concernant le choix de l'énergie des électrons, nous avons fait deux tests de *lift-off* pour des énergies de 15 keV et de 20 keV, le premier permettant d'obtenir une définition des électrodes sans résidu. L'utilisation d'une énergie de 20 keV a en revanche donné lieu à des craquelures de la couche de chrome conduisant à des imperfections lors du développement de la résine. Notre choix s'est donc porté sur une énergie de 15 keV.

Enfin, étant données les caractéristiques des structures à réaliser, le faisceau doit couvrir une surface d'environ $700\ \mu\text{m} \times 400\ \mu\text{m}$. Les premiers tests ont été réalisés, conformément aux recommandations du constructeur, avec des champs de $100\ \mu\text{m}$, la platine se déplaçant donc 28 fois pour couvrir cette surface. La valeur optimale de raccord de champ de $60\ \text{nm}$ n'a jamais été atteinte, malgré des calibrages de raccord de champs optimisés et un temps d'attente supérieur à 5 h pour la stabilisation et la thermalisation du système {échantillon + platine}. Les valeurs de ce raccord de champs couramment constatées étaient supérieures à $100\ \text{nm}$, conduisant à une modification locale de la période des électrodes (création d'une fréquence parasite), éventuellement à l'obtention de coupures au milieu des peignes, et dans le pire des cas à des coupures à l'intérieur même des bus. Par conséquent, la décision a été prise de travailler dans un seul champ de dimension $500\ \mu\text{m} \times 500\ \mu\text{m}$ lorsque c'était possible, voire $700\ \mu\text{m} \times 700\ \mu\text{m}$, et ce au détriment de la résolution de placement dans le champ qui passe de $1,5\ \text{nm}$ dans un champ de $100\ \mu\text{m}$ à $10,5\ \text{nm}$ dans un champ de $700\ \mu\text{m}$. Les caractérisations structurales présentées dans la partie suivante nous ont permis de valider ce choix, même si cette résolution de placement associée à un grandissement faible peuvent conduire à un mauvais contrôle de la rugosité des flancs des électrodes.

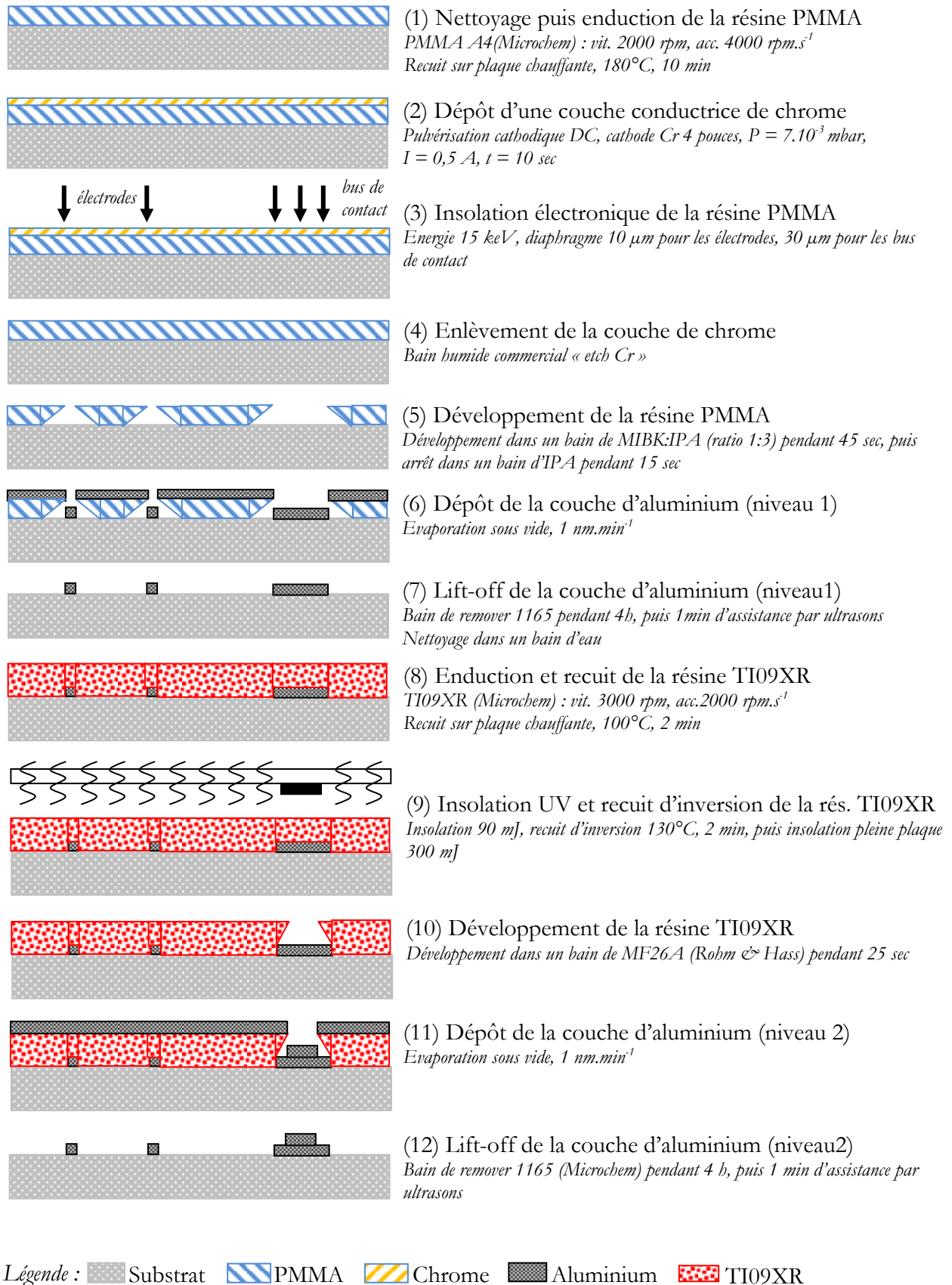


Figure 4-14 -Synoptique du procédé conduisant à la fabrication d'un résonateur.

II - 3 - 2 - Caractérisation structurale des résonateurs fabriqués

Le procédé qui vient d'être décrit a montré sa robustesse en nous permettant de réaliser un grand nombre de résonateurs, sur des substrats de nature variable tant au niveau de la couche de diamant que de la couche piézoélectrique. Nous insistons sur le fait que la rugosité de la couche influence de manière prépondérante le résultat de la lithographie. Les Figure 4-15 et Figure 4-16 mettent en évidence la qualité des résonateurs fabriqués, même si l'on peut constater, sur la vue de détail réalisée par MEB, une nette rugosité des bords d'électrodes.

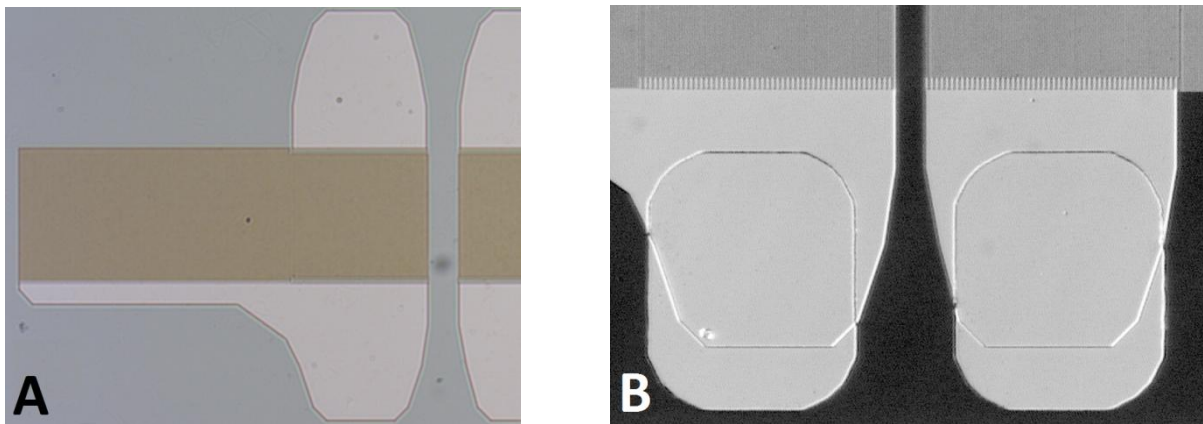


Figure 4-15 – Caractérisation au microscope optique d'un résonateur double-ports – vue générale d'une partie d'un résonateur double-ports (A) et recharge métallique réalisée par lithographie UV au niveau des bus de contact (B).

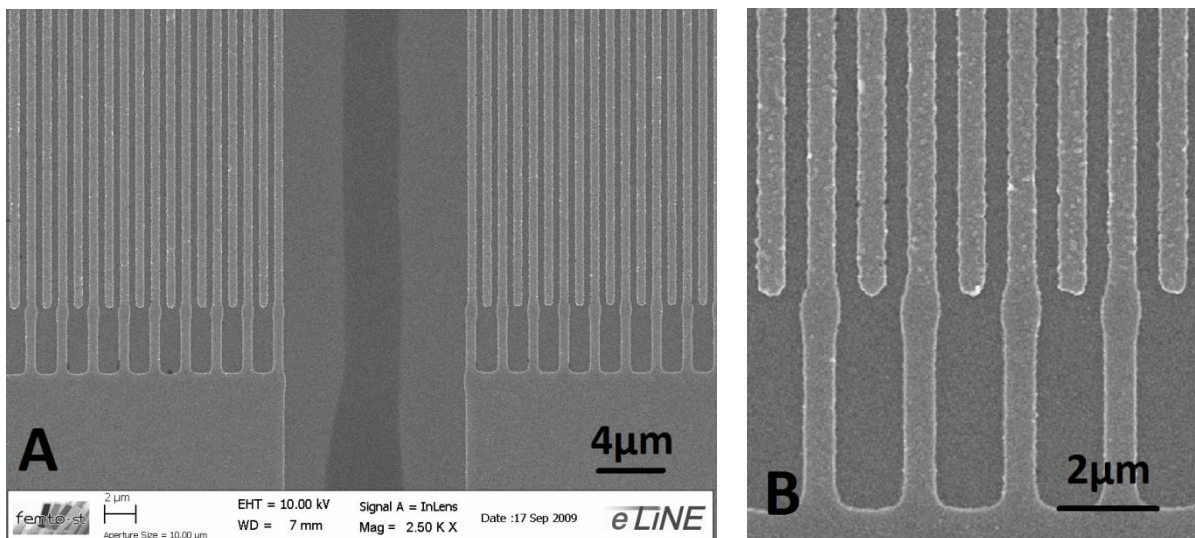


Figure 4-16 – Caractérisation MEB d'un résonateur double-ports – vue générale au niveau de la cavité (A), vue de détail des électrodes du transducteur (B).

II - 4 - Caractérisation électrique des résonateurs

Il s'agit dans cette partie de caractériser les dispositifs réalisés selon le mode opératoire que nous venons de présenter [127]. Les tests électriques sont réalisés sur un banc Süss Microtech PM-5 associé à un analyseur de réseau Rhode & Schwarz ZVR. Dans un premier temps, et bien que ces résultats soient modestes, nous exposerons la caractérisation de dispositifs réalisés sur substrat silicium/diamant/ZnO. Ensuite, nous montrerons les résultats obtenus sur des substrats constitués d'une couche de diamant autosupportée (couche de nucléation)/ZnO.

II - 4 - 1 - Résonateurs sur substrat Si/diamant/ZnO

Les résultats les plus convaincants pour ce type de configuration arborent des contributions très nettes sur l'admittance pour une période de $1\ \mu\text{m}$, en accord avec les attentes. La Figure 4-17 montre les mesures expérimentales correspondantes, dont on peut déduire la vitesse de phase $v = 10600\ \text{m.s}^{-1}$. La pente très prononcée met en évidence un niveau de perte important, qui peut être attribué à la forte rugosité du substrat qui conduit à la fois à une mauvaise définition des électrodes (court-circuit potentiels) et à des pertes de propagation (effets de diffusion). Le facteur de qualité est difficilement mesurable ($Q < 200$) et le coefficient de couplage K_s^2 peut être estimé à 0,4 %. Etant données ces caractéristiques, cette réponse ne suffit pas pour une application de type oscillateur haute fréquence mais est bien la première signature du comportement attendu.

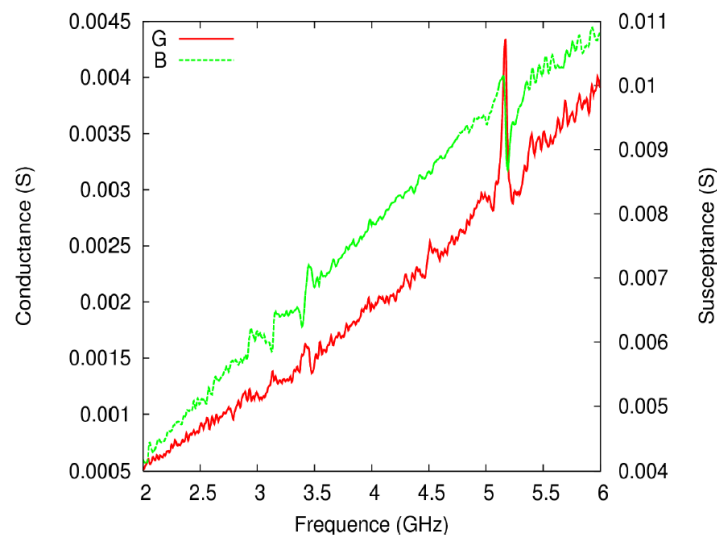


Figure 4-17 - Caractérisation de la réponse obtenue sur l'échantillon Si/C-diamant/ZnO pour un dispositif simple-port dont la période des électrodes est de $1\ \mu\text{m}$.

II - 4 - 2 - Résonateurs sur substrat diamant autosupporté/ZnO

La voie précédente ayant rapidement montrée ses limites, nous nous sommes tournés vers la fabrication de couches de diamant autosupportées. Les résultats obtenus sur deux types d'échantillons vont être présentés, les premiers obtenus sur un échantillon de 2 cm² fabriqué grâce à la technique de BEN-MPCVD et les seconds sur un échantillon de 1 cm² fabriqué grâce à celle de nanoseeding.

i - Echantillon obtenu par croissance BEN-MPCVD

Nous reportons dans un premier temps sur la Figure 4-18 les résultats obtenus pour la mesure d'admittance de l'un des 20 résonateurs simple-port fabriqués, montrant très clairement les contributions des différents modes ainsi qu'une ligne de base bien définie. Par contre, nous n'identifions pas sur ces réponses la signature du mode recherché (mode 3) et trouvons l'explication de cet état de fait dans l'écart entre l'épaisseur de ZnO attendue (400 nm) et l'épaisseur réelle (250 nm) déduite grâce à la simulation et qui permet un bon accord théorie/expérience. Dans ce cas, nous avons donc à faire au mode 2 dont la vitesse est de 7190 m/s. Le coefficient de couplage K_s^2 vaut 0,25%, et le facteur de qualité Q est de 300.

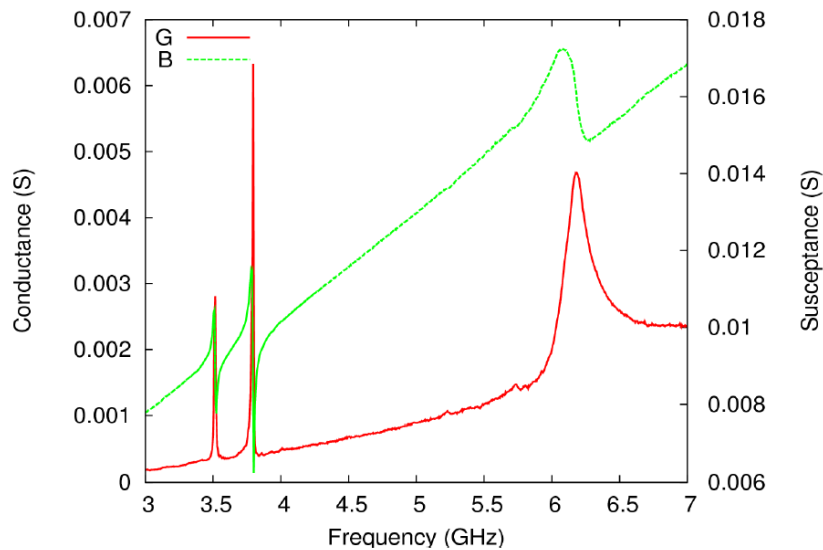


Figure 4-18- Admittance d'un résonateur simple-port fabriqué sur surface de nucléation recouverte d'une couche de ZnO.

Ce premier résultat probant montre la propension du film à convertir efficacement l'énergie injectée dans le transducteur. Cependant, la maîtrise en épaisseur du film doit être améliorée afin de se trouver dans les conditions simulées en amont. D'autre part, ces résonances ne permettent pas une rotation de phase supérieure à 50° , ce qui est notamment insuffisant pour la réalisation d'un oscillateur à résistance négative.

A la suite de ce résultat, 28 résonateurs double-ports ont été réalisés et testés. Bien qu'un peu décevant, surtout au niveau des pertes d'insertion (30 à 40 dB), on relève des réponses qui conduisent à une caractérisation avec des mesures types convaincantes, permettant d'estimer en particulier le coefficient de qualité. Comme prévu, le quadripôle offre une rotation de phase plus robuste et permet a priori son insertion dans une boucle d'oscillation à contre-réaction. La meilleure réponse est reportée sur la Figure 4-19. La réponse large bande montre une dynamique de 15 dB. La résonance centrée en 3,8 GHz est proche de l'entrée de la bande d'arrêt, les pertes d'insertion sont de 31,2 dB et le facteur de qualité de 1000, ce qui donne un produit Qf de $3,8 \cdot 10^{12}$. Cependant, les recharges métalliques ne présentent pas une adhérence suffisante pour permettre une encapsulation des dispositifs et ont tendance à se décoller lorsque les pointes sont en contact ; ceci ne nous permet donc pas d'espérer pouvoir monter ces résonateurs dans une boucle d'oscillation.

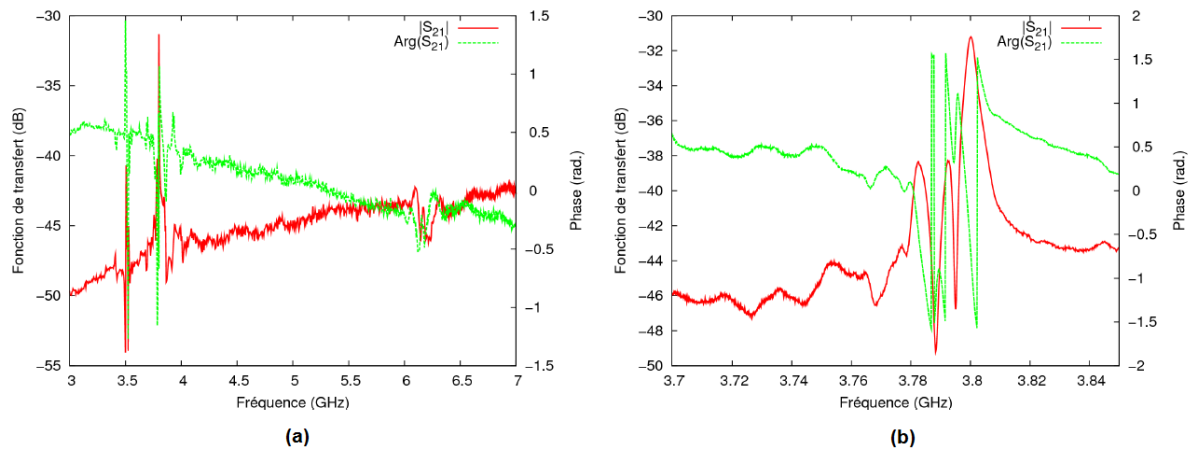


Figure 4-19 - Réponse d'un dispositif double-ports réalisé sur surface de nucléation recouverte d'une couche de ZnO : (a) réponse large bande, (b) zoom sur la résonance.

ii - Echantillon obtenu par croissance assistée par nanoseeding

Lorsque nous avons reçu l'échantillon préparé par la technique de nanoseeding, la surface était fortement dégradée (présence d'anneaux concentriques creusés dans le substrat) mais localement

très peu rugueuse. Ce cas nous a permis de démontrer l'intérêt de l'EBL pour les applications de recherche. En effet, après avoir réalisé une cartographie de l'échantillon, nous avons fabriqué les résonateurs dans les zones exemptes de défauts. Les résonateurs ainsi fabriqués nous ont conduit à des résultats conformes à nos attentes (Figure 4-20), bien que l'épaisseur de ZnO soit une fois encore légèrement différente de celle attendue, l'accord théorie/expérience étant obtenu pour une épaisseur de 500 nm. Malheureusement, la résonance à 4,5 GHz visée n'est pas assez couplée en comparaison de ce que l'on attendait, à cause d'une maîtrise insuffisante de l'épaisseur de ZnO. Ceci met en évidence l'étroitesse du point de fonctionnement visé qui ne tolère guère d'incertitude. Cela étant, nous avons décidé de concentrer nos efforts sur le mode 2 qui, bien qu'à une fréquence de l'ordre de 3 GHz seulement, donne des signes de fonctionnement favorables. Les pertes d'insertion sont comprises entre 35 et 45 dB, et les facteurs de qualité entre 500 et 1500. Ce niveau de pertes peut être expliqué par le fait que l'on ne se trouve pas au point de fonctionnement prévu, mais également par le couplage entre les deux transducteurs à travers une cavité résonante dans laquelle des inhomogénéités peuvent être à l'origine de l'effet constaté (étant donné l'empilement de couches déposées).

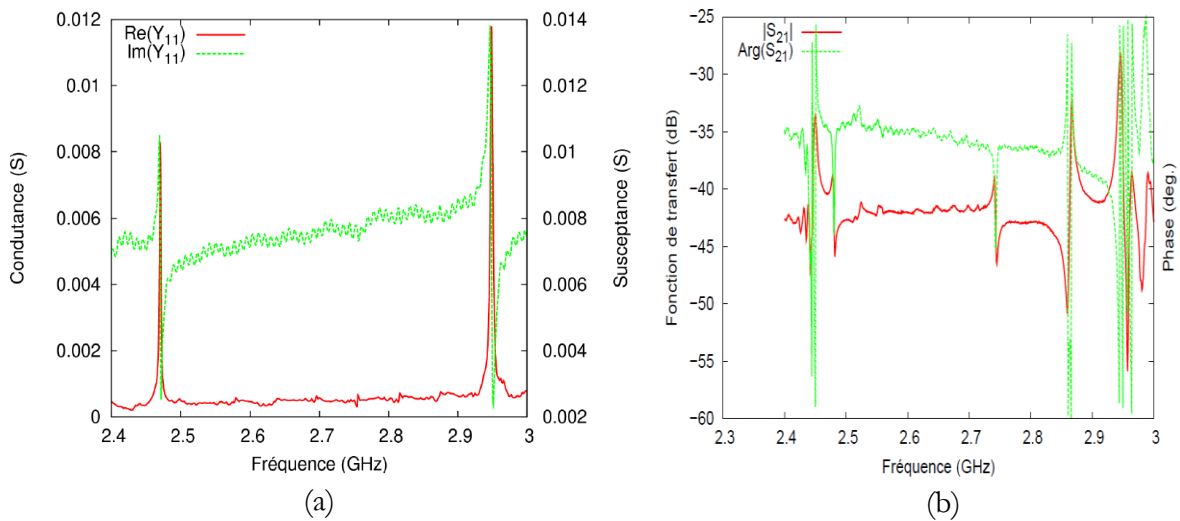


Figure 4-20 – Caractérisation d'un résonateur simple-port (a) et d'un résonateur double-ports (b) réalisés sur un substrat autosupporté de carbone diamant réalisé par nanoseeding.

Pour clore cette partie, la sensibilité en température des résonateurs double-ports a été mesurée. L'évolution est linéaire et le coefficient de température du mode considéré (mode 2) vaut -43 ppm.K^{-1} . Cette valeur est notablement importante pour une source de haute stabilité et n'a pas facilité les mesures en boucle d'oscillation qui seront présentées dans le Chapitre 5.

II - 5 - Conclusion

Ce travail exploratoire concernant la démonstration de l'intérêt des couches de carbone diamant nanocristallin pour des applications à OES était articulé autour de quatre grandes parties. Dans un premier temps, nous avons exposé les résultats des simulations obtenus afin d'optimiser l'épaisseur des couches composant le substrat, ainsi que la structure des résonateurs. Ensuite, la méthode de fabrication des substrats (couches de diamant nanocristallin et couche piézoélectrique en ZnO) a été détaillée, suivie par la description des étapes de mise en œuvre du procédé conduisant à la définition des électrodes. Enfin, les résultats de caractérisation des résonateurs fabriqués ont été présentés.

Les résultats obtenus démontrent à la fois l'intérêt de tels substrats pour les applications à OES, et la maîtrise dont il faut faire preuve tout au long de la fabrication pour obtenir les caractéristiques escomptées. La rugosité du substrat, dont nous avons sous-estimée l'importance au début de ce travail, est un paramètre crucial et peut être maîtrisé en utilisant la face de nucléation, au prix de temps de croissance très longs (> 100 h). L'épaisseur de la couche de ZnO est également décisive pour atteindre le point de fonctionnement visé, et devra faire l'objet d'un étalonnage plus précis lors de prochaines réalisations. Même si des améliorations sont possibles, surtout au niveau de la rugosité de bord des électrodes, le procédé de lithographie électronique a montré sa robustesse en permettant la fabrication de plusieurs centaines de dispositifs simple- et double- ports avant que ne soient atteints les résultats présentés dans la dernière partie. De plus, ces dispositifs sont une démonstration de principe de la pertinence de l'utilisation du diamant, et une augmentation de la résolution (période des électrodes de 500 nm) permettrait de réellement passer un cap dans ce domaine en atteignant des fréquences de 10 GHz. Bien que non conformes aux simulations, les échantillons produits ont permis la réalisation de résonateurs dont les caractéristiques sont présentées dans la dernière partie. Pour des résonateurs double-ports, des produits Q_f de l'ordre de 4.10^{12} ont été atteints. Nous espérons à terme, c'est-à-dire lorsque toutes les étapes de fabrication seront bien maîtrisées, nous rapprocher de l'état de l'art en profitant de la grande vitesse de phase offerte par le diamant. Les résonateurs ainsi fabriqués vont être intégrés dans une boucle d'oscillation dont les caractéristiques seront discutées dans le chapitre 5.

Suite aux différentes difficultés rencontrées pour mettre au point ce résonateur, nous avons décidé d'étudier en parallèle la possibilité de définir des électrodes avec une période plus petite sur un matériau standard pour le domaine des OES, à savoir le quartz. Ceci fait l'objet de la partie suivante.

III - Réalisation de résonateurs sur quartz

Comme annoncé dans le chapitre 1, nous avons mené en parallèle des travaux sur les matériaux innovants que sont le PZT, le diamant et le ZnO, d'autres travaux sur le quartz afin d'identifier des points de fonctionnement à haute fréquence. L'avantage premier de ce matériau est d'être distribué commercialement sous forme de plaques de quatre pouces, compatibles avec le stepper disponible au sein de MIMENTO. De plus, libérés des contraintes propres aux substrats composites que sont la rugosité et la non-uniformité, le développement d'un procédé de lithographie électronique permettant d'obtenir des largeurs d'électrodes inférieures à 300 nm a été possible. Cette partie est divisée en trois : dans un premier temps nous allons aborder la conception des résonateurs, puis leur fabrication ainsi que les problèmes associés, et nous terminerons par les résultats obtenus dans la bande 1,5 GHz – 3,8 GHz.

III - 1 - Conception des résonateurs

Les résultats obtenus dans la partie précédente ont montré que l'utilisation de résonateurs double-ports était plus robuste, notamment au niveau de la rotation de phase de leur fonction de transfert. La décision a donc été prise de mettre en œuvre les tests sur quartz uniquement à l'aide de résonateurs de cette nature. Nous allons montrer dans cette partie les simulations de dispositifs double-ports utilisant des ondes de Rayleigh et des ondes STW, et qui sont prévus pour fonctionner dans la gamme de fréquence 1,5 GHz – 3,8 GHz. La coupe choisie est le quartz (YXl)/36° car elle permet pour ce type de résonateurs d'être compensé en température, qu'il s'agisse d'ondes de Rayleigh ou STW.

III - 1 - 1 - Dispositifs fondés sur des ondes de Rayleigh

Nous présentons tout d'abord deux types de résonateurs exploitant des ondes de Rayleigh. Le premier a été conçu pour être compatible avec le procédé de fabrication utilisé sur le stepper, à savoir dans le meilleur des cas une résolution de 500 nm et une période de 1 μ m. Ces démonstrateurs permettront d'obtenir une résonance à 1,5 GHz, encore loin de la bande X, mais des améliorations sont actuellement en cours pour atteindre la résolution ultime de cet équipement (350 nm). En revanche, nous montrerons qu'il offre d'autres avantages comme une répétabilité avérée des propriétés et une vitesse d'écriture élevée comparée à la lithographie

électronique. Ces résonateurs sont ainsi composés de 75 électrodes dans les transducteurs et de 500 électrodes dans les miroirs, espacées périodiquement de $1,04 \mu\text{m}$. L'ouverture est de 100λ et le couplage s'effectue via une cavité de 5λ . L'épaisseur de métallisation est de 50 nm. Deux types de résonateurs ont été conçus : le premier est entièrement synchrone, avec un rapport de métallisation $a/p = 0,5$, tandis que le second est asynchrone, le rapport de métallisation dans les miroirs étant alors de $a/p = 0,55$. Comme le montrent les résultats de simulation présentés sur la Figure 5-4, le résonateur asynchrone permet d'atténuer les pics parasites au voisinage de la résonance et d'améliorer sensiblement le niveau des pertes d'insertion (3 dB contre 4 dB), tout en conservant un facteur de qualité de 5000 ($Q_f \sim 7,5 \cdot 10^{12}$).

Le second résonateur à base d'ondes de Rayleigh a été conçu pour fonctionner à 2,4 GHz, fréquence standard pour les applications de communications sans fil (bande ISM). De nouveau, deux types de configurations sont retenus. La première est une configuration entièrement synchrone, et la seconde composée d'une cavité de $10,25 \lambda$ afin de coupler les deux résonateurs. Cette dernière permet de placer le pic de résonance au centre de la bande d'arrêt. La période déduite de la simulation est de 643 nm, le rapport de métallisation a/p de 0,6 et l'épaisseur de métal de 40 nm. L'ouverture acoustique est de 150λ , les transducteurs sont composés de 75 électrodes et les miroirs de 250 électrodes.

Compte tenu de leur vitesse de phase faible (3150 m.s^{-1}), les ondes de Rayleigh ne sont pas les meilleures candidates pour travailler à haute fréquence. Les ondes STW dont la vitesse de phase sur quartz est de l'ordre de 5100 m.s^{-1} sont plus à même de jouer ce rôle. Nous présentons un dispositif fonctionnant à 3,8 GHz fondé sur ces ondes dans la partie suivante.

III - 1 - 2 - Dispositifs fondés sur des ondes STW

Nous avons conservé la période de 643 nm obtenue ci-avant et simulé la réponse que l'on obtient en utilisant la propagation d'ondes STW. Le résultat peut être visualisé sur la Figure 4-23. Notons que dans ce cas, la cavité est composée de 11 électrodes afin de guider l'onde en surface, sans quoi il y aurait rayonnement dans le matériau [128]. Dans ce cas, on obtient une fréquence de résonance de 3,8 GHz, bien qu'il soit difficile d'obtenir l'atténuation des pics parasites au voisinage de la résonance à même hauteur que pour les ondes de Rayleigh à fréquences plus basses (voir paragraphe précédent).

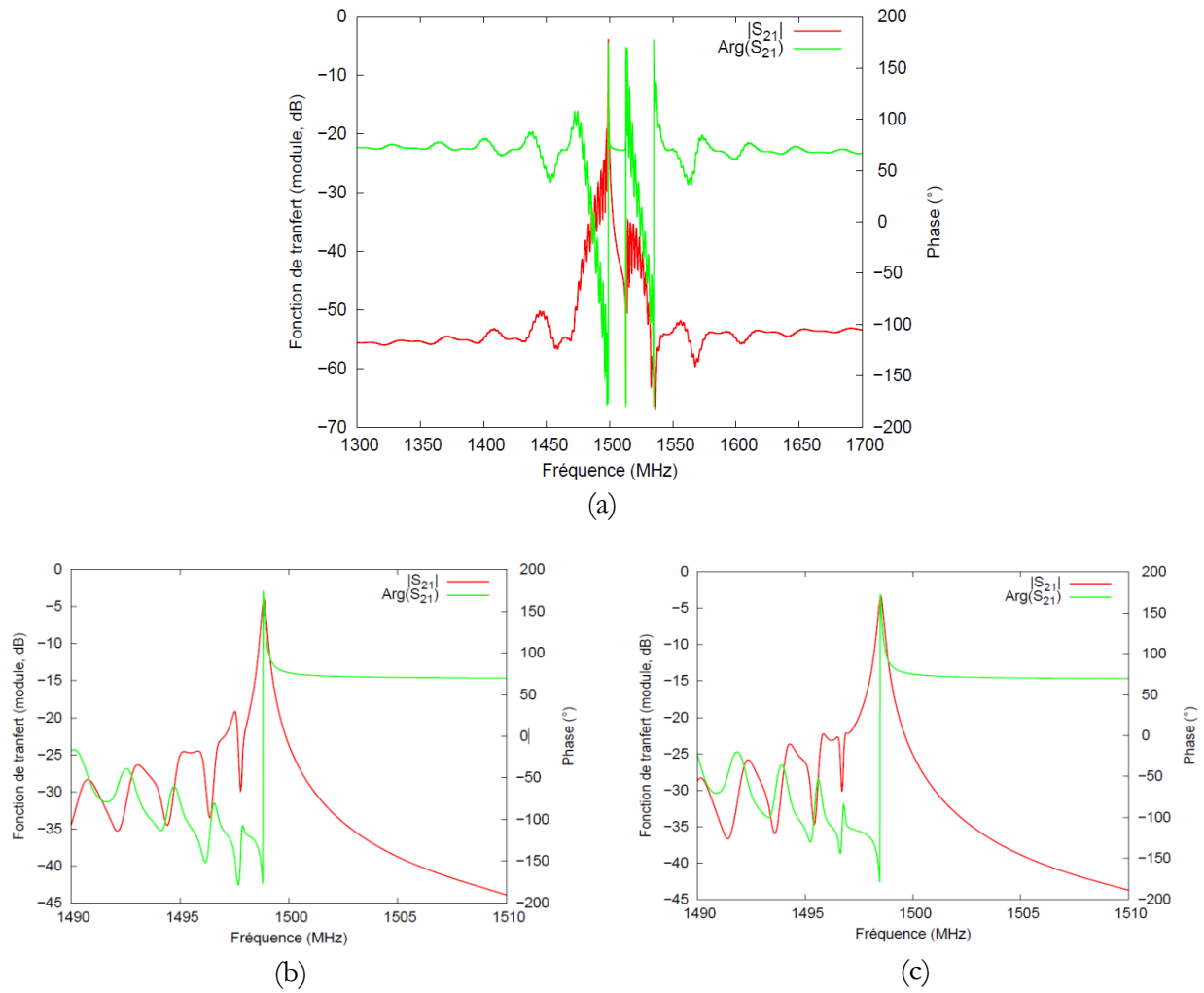


Figure 4-21 – Résultats de simulation de la réponse électrique de résonateurs double-ports fonctionnant à 1,5 GHz - (a) allure générale de la réponse électrique pour les résonateurs double-ports, (b) zoom autour de la résonance pour un résonateur synchrone et (c) zoom autour de la résonance pour un résonateur asynchrone.

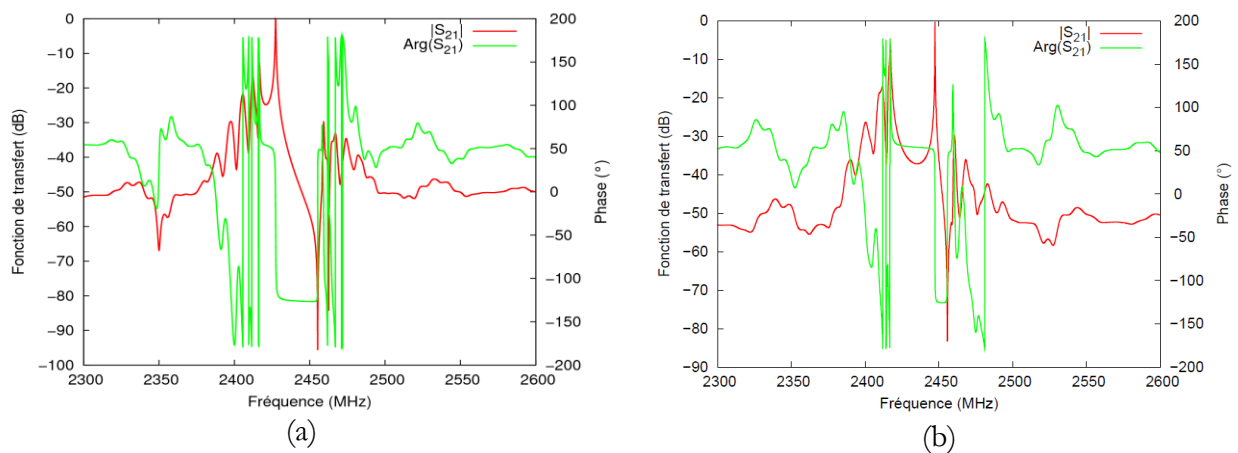


Figure 4-22 – Résultat de simulation de la réponse électrique de résonateurs fonctionnant à 2,4 GHz, autour de la fréquence de résonance - (a) résonateur synchrone et (b) résonateur comportant une cavité.

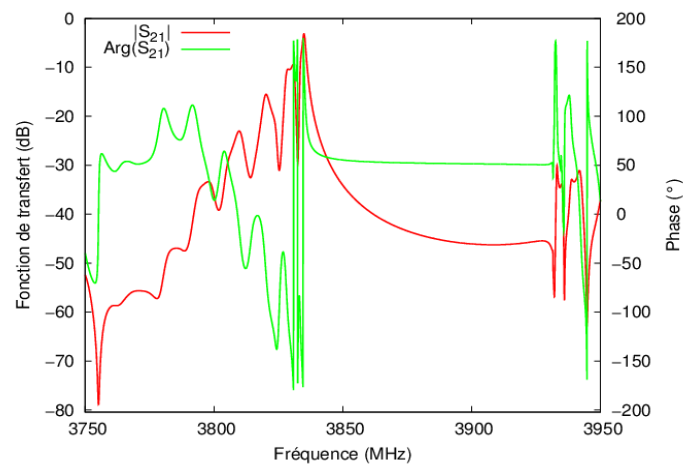


Figure 4-23 – Résultat de simulation de la réponse électrique d'un résonateur fonctionnant à 3,8 GHz.

Ce premier calcul montre qu'il est difficile d'obtenir un résonateur optimisé en utilisant une configuration simple. Cependant, le besoin en sources stabilisées à haute fréquence est réel, que ce soit pour des sources embarquées ou pour d'autres projets comme celui de la micro-horloge porté par FEMTO-ST [129]. Des solutions devront donc être apportées par une étude plus poussée de la conception.

III - 2 - Fabrication des résonateurs

III - 2 - 1 - Fabrication de résonateurs à 1,5 GHz par lithographie UV par projection

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 3, la lithographie UV par projection nécessite l'utilisation d'un réticule sur lequel le négatif des résonateurs décrits ci-avant est reproduit grâce à un masqueur laser, et ce avec un facteur d'échelle X5. Malgré ce facteur, qui conduit à la définition d'électrodes de $2,6\ \mu\text{m}$ avec une période de $5,2\ \mu\text{m}$, il est difficile de les définir de manière optimale. A priori dû à une instabilité du laser qui conduit à une variation de la dose d'insolation de la résine recouvrant le masque, leur largeur est variable et comprise entre $2,85\ \mu\text{m}$ et $3,20\ \mu\text{m}$ comme on peut le voir sur la Figure 4-24. Malgré ce problème au niveau de la définition du réticule, nous avons fabriqué les résonateurs selon le procédé donné dans le chapitre 3 sur deux plaques. Une fois l'étape de *lift-off* réalisée, la taille des électrodes a été mesurée grâce au CD-MEB Hitachi S9220, les résultats sont reportés dans le Tableau 4-1.

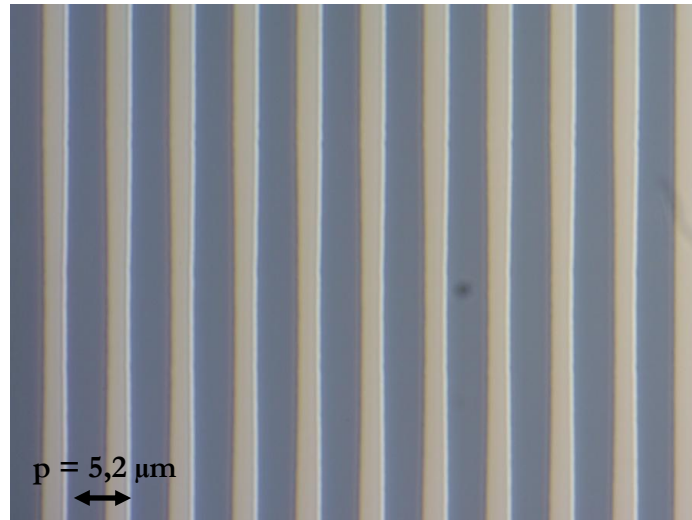


Figure 4-24 – Image au microscope optique (X1000) du réticule dans une zone où le contrôle de la largeur des électrodes n’est pas optimal.

On observe, malgré une définition des électrodes sur le réticule avec une dispersion $3\sigma = 0,3 \mu\text{m}$, que la largeur des électrodes au niveau de la plaque n’a qu’une dispersion $3\sigma = 25 \text{ nm}$ alors qu’une image fidèle du réticule devrait plutôt donner $3\sigma = 60 \text{ nm}$. Tandis que la mesure au MEB est parfaitement aléatoire, la caractérisation du réticule a été effectuée manuellement au microscope optique, et nous avons volontairement insisté sur les zones affectées par les défauts, conduisant très certainement à cet écart. Les mesures reportées dans le Tableau 4-1 permettent également de constater la répétabilité de plaque à plaque, les résultats ne variant que de 1,7 nm pour la largeur d’électrode et de 1,6 nm pour la période. Nous avons également caractérisé ces échantillons par AFM, le résultat est présenté sur la Figure 4-25. La première chose que l’on constate est la rugosité contenue du dépôt d’aluminium, inférieure à 2 nm RMS, et l’adéquation de son épaisseur avec celle définie dans l’étape de conception (53 nm pour 50 nm). De plus, cette mesure met en évidence la qualité de définition des électrodes, avec des flancs très légèrement rugueux et arrondis.

L’étape de recharge des plots de contacts est ensuite réalisée par lithographie UV classique (voir étapes 8 à 12 de la Figure 4-14). Les plots de contact de la première plaque de quartz sont rechargés avec une couche de Cr/Al (30 nm/200 nm) et ils seront dédiés à un packaging par *ball-bonding*. Ceux de la deuxième plaque le sont avec une couche de Cr/Au (30 nm/200 nm) pour un packaging par *flip-chip*. Nous expliquerons dans la partie consacrée au packaging le choix de ces métaux. Le temps d’insolation d’une plaque de 4 pouces comprenant environ 5000 résonateurs est de 2 min, ce qui donne un temps d’exposition de l’ordre de 25 ms par résonateur. Il est

également possible de réaliser l'étape de recharge des plots de contact par cette technique, ce qui donne un temps total de l'ordre de 50 ms par résonateur pour l'étape de lithographie proprement dite (2 niveaux).

		Réticule	Réticule/5	Plaque 1	Plaque 2
Largeur électrode (μm)	<i>moyenne</i> 3σ	3,018 0,304	0,6036 0,0608	0,5189 0,0227	0,5172 0,0251
Période (μm)	<i>moyenne</i> 3σ	5,176 0,106	1,0352 0,0212	1,0355 0,0311	1,0371 0,0145

Tableau 4-1 – Caractérisation de la largeur des électrodes et de leur période sur le réticule par microscopie optique et sur les plaques grâce au CD-SEM.

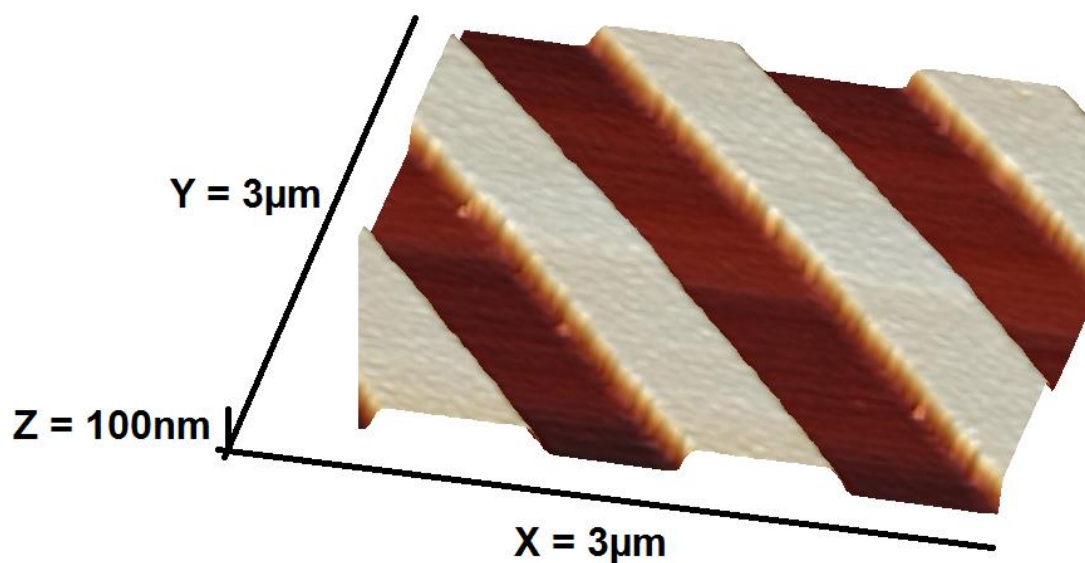


Figure 4-25 – Caractérisation par AFM d'une zone de $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ d'un résonateur fabriqué par stepper.

III - 2 - 2 - Fabrication de résonateurs dans la bande 2,4 GHz – 3,8 GHz par lithographie électronique

Etant donné le niveau de définition des électrodes obtenu lors de la réalisation de résonateurs sur substrats composites, nous nous sommes tout d'abord naturellement tournés vers le même

procédé pour la réalisation de résonateurs à 2,4 GHz et 3,8 GHz, dont la période des électrodes (643 nm) n'est que de 36 % inférieure à celle des résonateurs alors fabriqués. Le temps de fabrication d'un résonateur est dans ce cas d'1 h pour l'étape de lithographie électronique proprement dite. Deux images de résonateurs sont présentées sur la Figure 4-26. L'image réalisée par microscope optique offre une vision globale du dispositif avec les recharges en aluminium sur les plots de contact. L'image MEB permet quant à elle de constater la rugosité importante des bords d'électrodes, qui est mesurée selon la méthode donnée sur le schéma de la Figure 4-26 (c) : elle est de l'ordre de 30 nm pour une largeur de 385 nm, soit une variation relative de 16 %. Ces résultats sont confirmés par la caractérisation AFM reportée sur la Figure 4-27. Malgré un contrôle en épaisseur correct de la couche d'Al (39 nm pour 40 nm visés), cette caractérisation met en évidence la rugosité à la fois du dépôt d'aluminium (6 nm RMS) et également celle des bords comme nous l'avons déjà constaté par imagerie MEB.

Ce même procédé n'induisait qu'une variation relative de la largeur des électrodes de 5 % lors de la réalisation de résonateurs sur substrats composites et avait conduit à des résultats convaincants, mais il apparaît difficile d'obtenir des résultats sur quartz à l'état de l'art dans ces conditions. En effet, le facteur de qualité Q sera fortement affecté par la rugosité de bord des électrodes, la diffusion des ondes entraînant leur désynchronisme. De plus, le but étant de monter en fréquence, une telle rugosité va devenir absolument rédhibitoire pour la définition d'électrodes de dimension inférieure à 300 nm. Nous avons donc entrepris de définir un nouveau procédé.

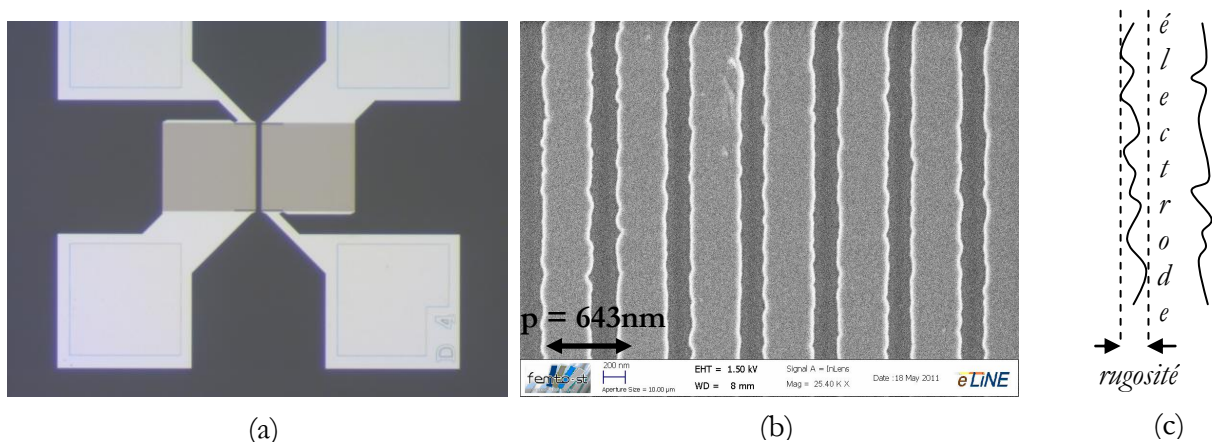


Figure 4-26 – (a) Image au microscope optique d'un résonateur à 2,4 GHz avec recharge de 200 nm d'aluminium sur les plots de contact, (b) image MEB des électrodes d'un résonateur à 3,8 GHz, (c) méthode de mesure de la rugosité de bord d'une électrode.

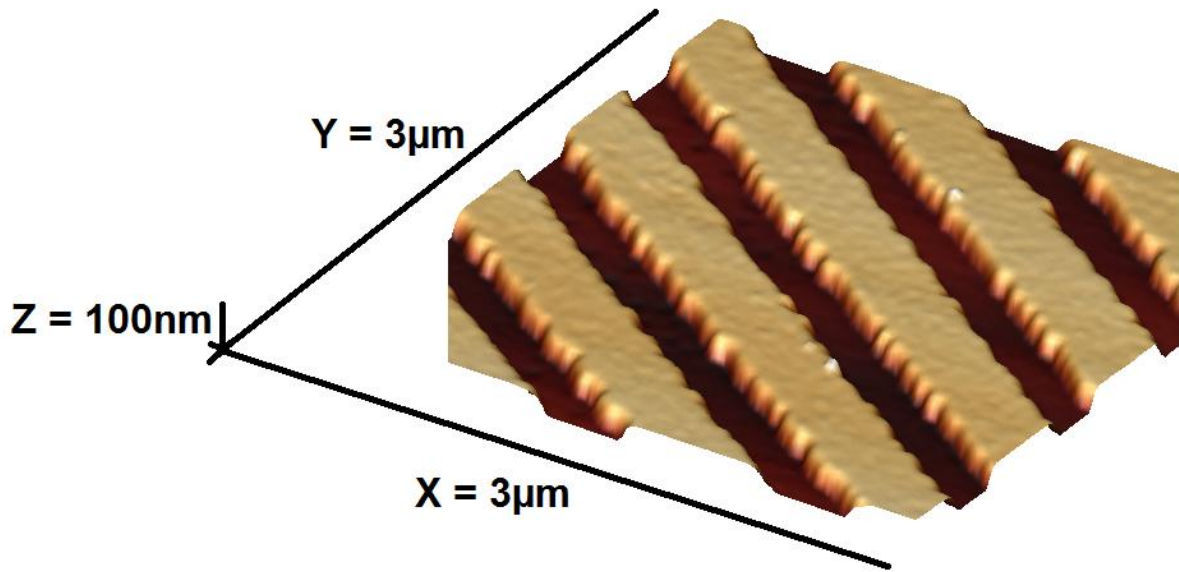


Figure 4-27 - Caractérisation par AFM d'une zone de $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ d'un résonateur fabriqué par EBL.

- Développement d'un nouveau procédé de lithographie électronique -

Deux pistes vont guider le développement de ce nouveau procédé :

- la couche conductrice de chrome déposée à la surface du PMMA freine trop les électrons et empêche l'obtention d'un profil adéquat pour la réalisation d'un *lift-off* : il faut donc la modifier,
- nous avons décidé de ne travailler que sur un seul champ, les défauts introduits au niveau des raccords de champs étant trop importants. L'influence de la taille de champ d'écriture sur la rugosité de bord des électrodes doit donc être clairement établie, et les moyens pour améliorer leur définition identifiés. L'utilisation du mode FBMS, présenté dans le chapitre 2 (I-2-2) sera envisagée dans ce but.

Nous avons dans un premier temps recherché une solution de remplacement à la couche de chrome et nous sommes tournés vers un polymère conducteur fourni par AllResist, le « Protective coating SX AR-PC 5000/90.1 » [130], que nous écrirons pour rendre la lecture du manuscrit plus aisée « SX ». Il s'agit d'un film dédié à la lithographie électronique sur PMMA, d'épaisseur 70 nm et soluble dans l'eau ou dans le développeur MIBK. La société AllResist ne souhaitant pas communiquer la formulation de ce polymère, nous n'avons pas pu simuler, comme nous l'avions fait dans le cas du chrome, les trajectoires électroniques dans la bicouche SX/PMMA déposée sur quartz. Cependant, en se reportant à la Figure 2-14, il apparaît clairement que les électrons ont beaucoup plus de facilité à se propager à l'intérieur d'un

polymère qu'à l'intérieur d'un métal. Etant donnée l'épaisseur des couches métalliques composant les électrodes (40 nm), nous avons également diminué l'épaisseur de la couche de PMMA A4 en augmentant la vitesse de rotation lors de l'enduction (4000 rpm), et ce dans le but d'obtenir une couche de 180 nm d'épaisseur. Ne pouvant pas effectuer de simulation avec le logiciel Casino, nous avons défini de manière empirique l'énergie optimale des électrons en faisant des tests à 5, 7 et 9 keV, selon le synoptique de procédé présenté sur la Figure 4-28. Le fichier de test contient des lignes de largeur / période 380 nm / 643 nm (résonateur à 3,8 GHz), et d'autres de 150 nm / 300 nm (pour viser l'entrée de la bande X, 8 GHz en STW), dans un champ d'écriture de 500 μm . Pour une énergie de 5 keV, la dose vue par le fond de la tranchée semble insuffisante car des résidus de résine sont visibles. En revanche, à 7 et 9 keV, il n'existe plus de résidus ; nous avons donc choisi de travailler à 7 keV car d'après les résultats obtenus dans le chapitre 2, une faible énergie des électrons conduit à leur plus forte diffusion dans la résine et donc à un profil de résine mieux adapté au *lift-off*. De même, la vitesse de dépôt de la couche d'aluminium a été augmentée de 1 nm.s^{-1} à 10 nm.s^{-1} afin d'accroître la directivité et ainsi de contraindre le métal à se conformer aux motifs structurés dans la résine.

Nous reportons sur la Figure 4-29 les résultats obtenus. Bien que de meilleure qualité, les électrodes ont encore une rugosité de bord de 15 nm, soit une variation relative de 8 % pour des électrodes de 380 nm et de 20 % pour des électrodes de 150 nm, variations beaucoup trop importantes pour permettre la fabrication de résonateurs ayant des facteurs de qualité élevés.

Nous avons dans un second temps étudié l'influence de la taille du champ d'écriture, solution qui peut avoir un sens dans le cas de résonateurs à haute fréquence dont la période, plus petite (par exemple $p = 300 \text{ nm}$), conduit à une taille de résonateur également plus petite si l'on considère le même nombre d'électrodes. Le résultat de ce test est illustré sur la Figure 4-29 (Bb) : en utilisant un champ de 200 μm au lieu d'un champ de 500 μm , la résolution de placement du faisceau est améliorée d'un facteur 2,5 ; on obtient alors une rugosité du bord des électrodes inférieure à 5 nm, soit une variation relative de 6 %.

Cette solution n'étant pas applicable pour des résonateurs qui nécessitent un champ d'écriture de 500 μm , nous nous sommes orientés vers le mode d'écriture FBMS, qui a été décrit dans le chapitre 2. Comme le montre la Figure 4-29 (Ab), les lignes ainsi obtenues présentent une rugosité de bord mieux maîtrisée, inférieure à 5 nm, soit une variation relative de 2,5 %. Des essais ont également été menés pour réaliser des lignes de largeur 150 nm avec cette méthode mais des problèmes au niveau de l'homogénéité d'insolation sont apparus, la platine se déplaçant pourtant à une vitesse de 0,4 mm.s^{-1} , largement inférieure à sa limite haute de 2 mm.s^{-1} .

Le Tableau 4-2 récapitule les résultats obtenus lors du développement de ce nouveau procédé et permet également de retrouver les doses nécessaires à l'insolation de la résine PMMA ainsi que les valeurs de *bias* à appliquer au schéma de conception. L'expérience montre donc dans ce cas qu'il est difficile d'envisager de réduire la rugosité de bord à une valeur inférieure à 5 nm.

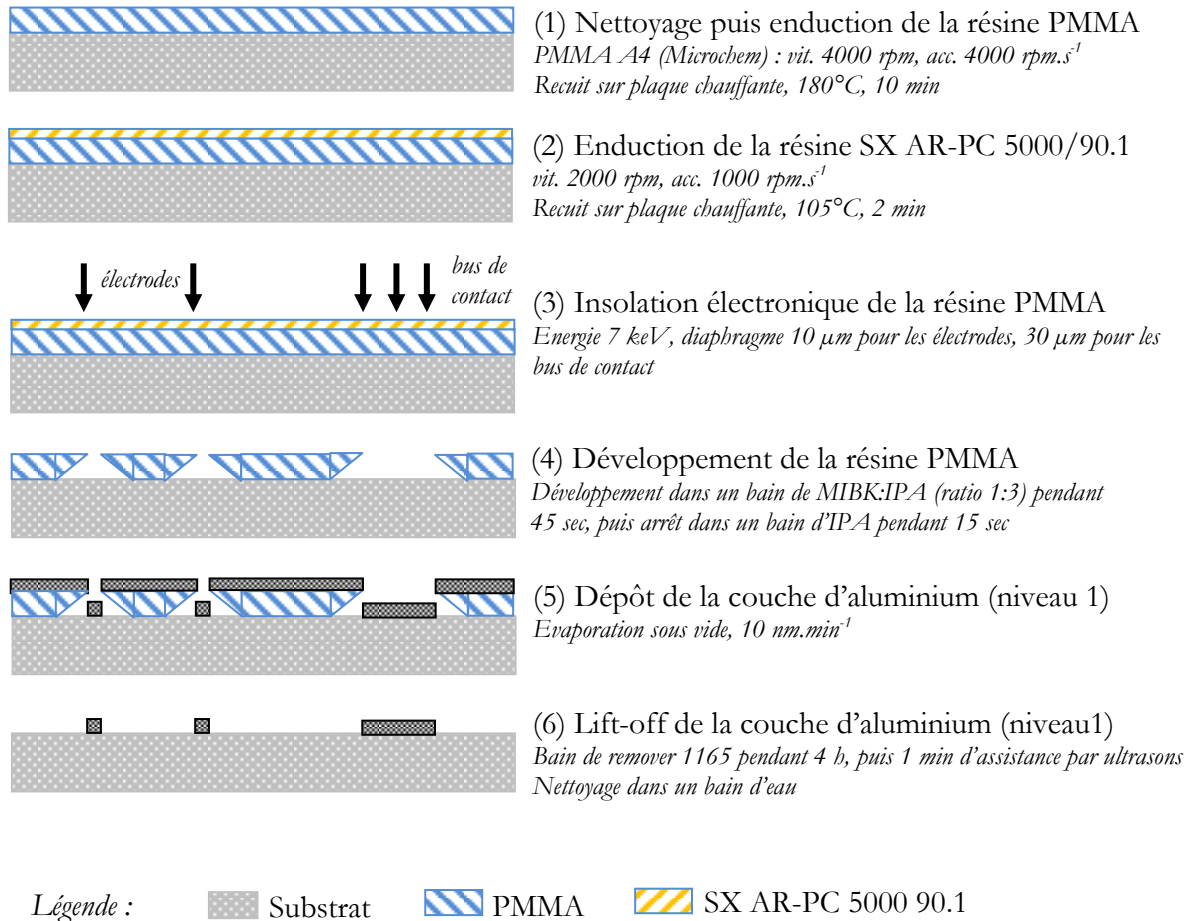


Figure 4-28 – Nouveau synoptique de procédé pour la fabrication d'électrodes haute résolution : énergie des électrons 7 keV, procédé à base de résine conductrice SX.

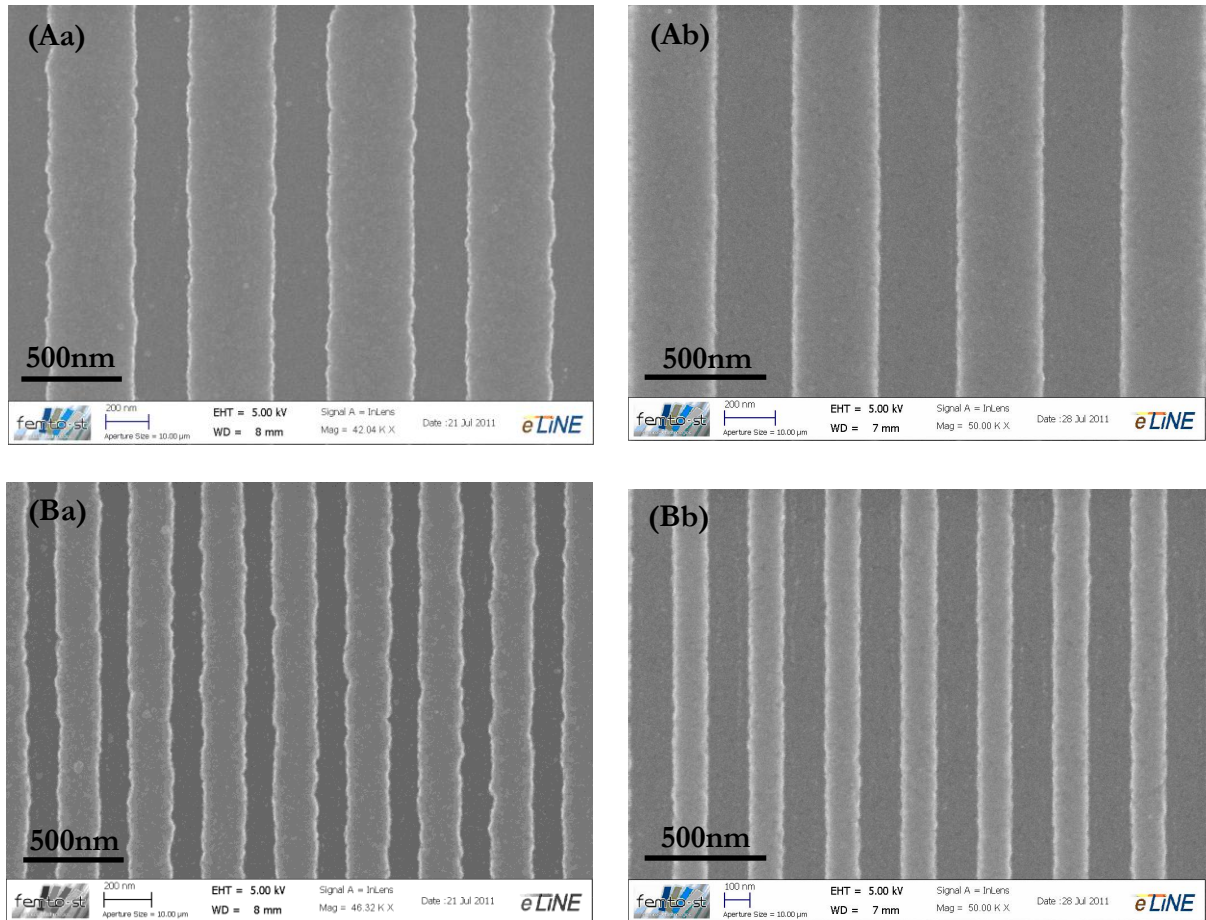


Figure 4-29 – Développement d’un nouveau procédé pour la fabrication d’électrodes haute résolution. (A) électrodes de largeur 385 nm et de période 643 nm, (B) électrodes de largeur 150 nm et de période 300 nm. (a) champ d’écriture de 500 μm , (Ab) mode d’écriture FBMS et (Bb) champ d’écriture de 200 μm .

Largeur de ligne / Période	Mode d'écriture	Dose	Bias	Rugosité	Erreur relative
nm / nm		$\mu\text{C}/\text{cm}^2$	nm	nm	%
385 / 643	champ = 500 μm	75	-85	15	8
385 / 643	FBMS	75	-15	5	2,5
150 / 300	champ = 500 μm	80	-55	15	20
150 / 300	champ = 200 μm	85	-60	5	6,5

Tableau 4-2 – Récapitulatif des résultats obtenus lors du développement d’un nouveau procédé pour l’obtention d’électrodes de haute résolution.

III - 3 - Caractérisation électrique des résonateurs

L'objet de cette partie est de présenter les résultats obtenus lors des tests sous pointes des différents résonateurs fabriqués. Suite à des problèmes de disponibilité d'équipements, nous n'avons pas été en mesure de fabriquer les résonateurs à haute fréquence selon le procédé de lithographie électronique permettant d'obtenir des électrodes de rugosité de bord contrôlée. Les résultats concernent donc des résonateurs à 1,5 GHz fabriqués par stepper, et des résonateurs à 2,4 GHz (Rayleigh) et 3,8 GHz (STW), fabriqués selon le premier procédé d'EBL.

III - 3 - 1 - Résonateurs à 1,5 GHz, fabriqués par stepper

Les réponses typiques de résonateurs fabriqués grâce au stepper sont présentées sur la Figure 4-30. Ces réponses sont conformes aux simulations, avec une résonance centrée en 1498,4 MHz pour les résonateurs synchrones, et en 1499,5 MHz pour les résonateurs asynchrones. Les résonateurs fabriqués sur les deux plaquettes n'ont pas tous été caractérisés mais nous reportons dans le Tableau 4-3 les mesures réalisées afin de mettre en évidence la répétabilité du procédé. En effet, on observe une déviation standard de seulement 1 MHz de la fréquence de résonance malgré l'écart type sur la période $3\sigma = 31,1$ nm (soit 3 %) reportée dans le Tableau 4-1 qui aurait pu laisser présager une dispersion de plusieurs dizaines de MHz. On peut expliquer ceci par le fait que l'incertitude sur la période est fortement influencée par la dispersion en taille des électrodes, mais que les ondes se propageant à la surface du substrat voient une période moyenne. Le facteur de qualité est plus élevé pour les résonateurs asynchrones, compris entre 3300 et 3450, que pour les résonateurs synchrones (entre 2950 et 3100). Ces valeurs de coefficients de qualité plus faibles que celles prévues par la théorie peuvent certainement être expliquées par la rugosité des électrodes mise en évidence par mesure AFM et par la dispersion sur les largeurs d'électrodes entraînant inévitablement un étalement spectral de l'énergie acousto-électrique du mode de surface.

De nouvelles réalisations devront être entreprises pour montrer l'influence de la définition du réticule sur la qualité du résultat, mais les pertes d'insertion contenues (entre 9 et 13 dB), et une rotation de phase de l'ordre de 170° en font de bons candidats pour la stabilisation d'oscillateurs ; les résultats seront présentés dans le chapitre suivant.

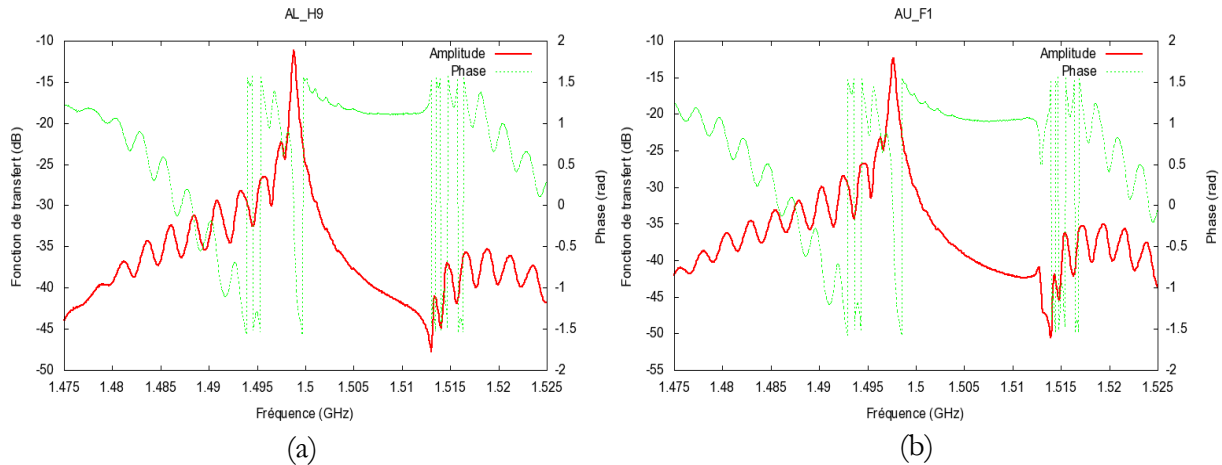


Figure 4-30 - Fabrication par stepper : réponse électrique d'un résonateur synchrone (a) centré en 1498,5 MHz et d'un résonateur asynchrone (b) centré en 1499,5 MHz.

Type de résonateur	Fréquence centrale (MHz)	Facteur de qualité
	moyenne $\pm 3\sigma$	
1,5GHz synchrone	1498,4 \pm 1,0	2950 < Q < 3100
1,5GHz asynchrone	1499,5 \pm 1,1	3300 < Q < 3450

Tableau 4-3 – Résultats de caractérisation des résonateurs fabriqués par stepper, fondés sur la mesure de 10 résonateurs de chaque type.

III - 3 - 2 - Résonateurs à 2,4 GHz et 3,8 GHz fabriqués par lithographie électronique

Nous reportons ici les résultats obtenus par lithographie électronique selon le procédé décrit sur la Figure 4-14. Les trois configurations évoquées dans la partie conception ont été mises en œuvre à travers la fabrication, à chaque fois, de 10 résonateurs. Trois exemples de résultats de tests sous pointes sont illustrés sur la Figure 4-31 et le Tableau 4-4 propose une synthèse des résultats.

Bien que présentant des pertes d'insertion élevées par rapport aux prévisions théoriques, comprises entre 12 et 18 dB, les dispositifs fondés sur les ondes de Rayleigh conduisent à des réponses fidèles aux simulations. Les dispositifs composés d'une cavité permettent d'obtenir une pureté spectrale manifeste, au prix d'un coefficient de qualité compris entre 1400 et 1550, tandis que les dispositifs synchrones, certes perturbés par un pic parasite rejeté de seulement 4 à 9 dB, offrent des coefficients de qualité plus élevés, compris entre 1650 et 1750. Une première explication de cette différence peut être la difficulté de garantir la taille de la cavité qui doit être

exactement de $10,25 \lambda$. Comme la vitesse de l'onde n'est pas connue avec exactitude, ceci peut conduire à une modification de la taille de la cavité réelle et donc à des pertes. La dispersion en fréquence est bien contenue dans les deux cas, à ± 0.8 MHz pour les premiers et ± 1 MHz pour les seconds. Les dispositifs fondés sur les ondes STW sont quant à eux caractérisés par une déviation standard beaucoup plus élevée, de ± 6 MHz. Le coefficient de qualité pouvant aller dans le meilleur des cas jusqu'à 1500 permet d'atteindre des produits Qf notablement plus élevés que dans le cas de l'utilisation d'ondes de Rayleigh, avec $5,7 \cdot 10^{12}$ contre $4 \cdot 10^{12}$. Ces résultats sont conformes à nos connaissances, soit une sensibilité gravimétrique du mode de cisaillement nettement supérieure à celle du mode de Rayleigh mais notablement moins affecté par les pertes viscoélastiques du matériau. En revanche, ils souffrent d'une faible pureté spectrale avec un pic parasite rejeté entre -4 et -6 dB, rendant l'accrochage d'un oscillateur difficile malgré des pertes faibles (entre 6 et 8 dB). La définition des électrodes non conforme au modèle, mise en évidence par mesures AFM et MEB, joue un rôle prépondérant dans l'obtention de ces facteurs de qualité décevants, mais nous avons vu comment l'améliorer.

La lithographie électronique a montré sa capacité à fabriquer de manière répétable des dispositifs à OES, bien que les temps de mise en œuvre soient longs. Les résultats en fréquence assez dispersés obtenus pour les résonateurs à ondes STW peuvent être expliqués par leur extrême sensibilité à la surcharge massique liée aux électrodes qui couvrent la totalité du parcours de l'onde. Celle-ci donne alors lieu à de multiples conditions de résonances partielles en fonction de la dispersion en forme et en dimension des électrodes. Ces pics parasites peuvent se mélanger à la résonance principale et ainsi donner l'impression d'une répartition aléatoire de la réponse spectrale du résonateur. Des marges de progression ont été identifiées dans les paragraphes précédents. Il s'agit d'optimiser les structures de résonateurs, de manière à améliorer à la fois la pureté spectrale et le facteur de qualité pour des résonateurs à ondes STW, et d'apporter des modifications au niveau du procédé de fabrication dans le but de limiter la rugosité des électrodes et la dispersion de leur géométrie en l'occurrence.

La troisième et dernière partie de ce chapitre consacrée à la fabrication et à la caractérisation des résonateurs nous aura permis d'étudier et de comparer la fabrication de résonateurs sur quartz grâce à deux méthodes, à savoir le stepper et l'EBL. Dans les deux cas, des résonateurs compatibles avec des applications sources ont été fabriqués, et leur insertion dans une boucle d'oscillation est présentée dans le chapitre suivant.

Type de résonateur	Fréquence centrale (MHz)	Facteur de qualité
	moyenne +/- 3 σ	
2,4GHz synchrone	2381 +/- 1	1650 < Q < 1750
2,4GHz HicCup	2402 +/- 0,8	1400 < Q < 1550
3,8GHz (STW)	3823 +/- 6	900 < Q < 1500

Tableau 4-4 – Résultats de caractérisation de résonateurs à 2.4 GHz et 3.8 GHz fabriqués par lithographie électronique.

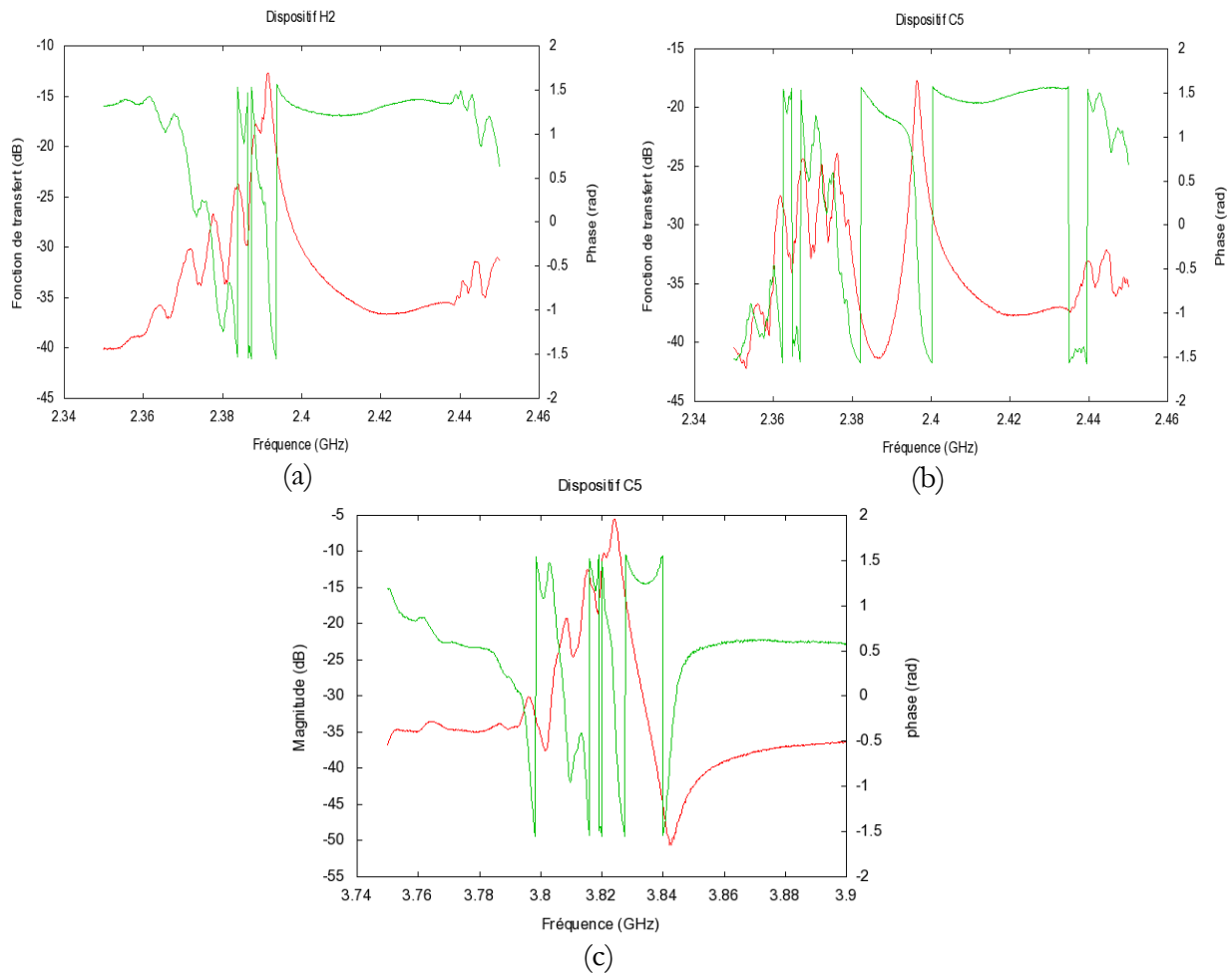


Figure 4-31 – (a) résonateur synchrone fonctionnant à 2,393 GHz fondé sur des ondes de Rayleigh, (b) résonateur avec une cavité centrale permettant de centrer le pic de résonance à 2.397 GHz au centre de la bande d'arrêt et fondé sur des ondes de Rayleigh et (c) résonateur synchrone fonctionnant à 3.826 GHz fondé sur des ondes STW.

Conclusion

Dans ce chapitre découpé en trois parties, correspondant chacune à un type de substrat, nous avons présenté l'étape de conception des résonateurs, la méthode de lithographie associée, et les résultats de caractérisation obtenus. Afin que le lecteur ait une idée claire de ces résultats, nous proposons de les regrouper dans deux tableaux.

Moyen de fabrication	Résolution atteinte (nm)	Taille de champ (mm ²) zone active + plots de contact	Temps d'écriture z. act. + plots	Vitesse d'écriture (mm ² /h)	Dispersion en fréquence
FIB	250	0,001 + 0,005 = 0,006	1h + 30min	0,004	--
EBL	380 (150)	0,1 + 0,36 = 0,46	10min + 50min	0,46	0,03%
Stepper	500	0,24 + 0,36 = 0,6	25ms	87000	0,03%

Tableau 4-5 – Résumé du point de vue technologique des réalisations présentées dans le chapitre 4. Mise en évidence de la résolution et de la vitesse d'écriture atteintes pour les trois moyens de fabrication que sont le FIB, l'EBL et le stepper. La dispersion en fréquence correspond à la dispersion entre les différents résonateurs fabriqués selon un même procédé.

Le Tableau 4-5 permet de regrouper les caractéristiques principales des moyens de lithographie utilisées. La meilleure résolution atteinte lors de la fabrication d'un résonateur est de 250 nm et a été réalisée par FIB. Nous avons néanmoins démontré la faisabilité d'électrodes de 150 nm de large et de période 300 nm avec la lithographie électronique, c'est pour cette raison que 150 nm apparaît entre parenthèses. La taille de champ correspond à la zone traitée par le système de lithographie pour la réalisation d'un résonateur. La zone correspondant au résonateur proprement dit et nécessitant une haute résolution est appelée « zone active » ; elle est séparée de la zone « plots de contact » car ils peuvent être définis avec une résolution moindre. Cette distinction a toute sa signification pour les moyens d'écriture directe mais n'entre pas en considération pour la lithographie par projection puisqu'il s'agit d'une écriture collective. On peut déduire du temps d'écriture la vitesse d'écriture qui démontre la suprématie du stepper dans ce domaine, avec une vitesse près de 200000 fois supérieure à celle de l'EBL, et près de 20 millions de fois supérieure à celle du FIB. Le FIB, bien que très versatile, est donc par son principe de définition des électrodes (gravure) et sa vitesse d'écriture, exclusivement un instrument de laboratoire. L'EBL ne peut rivaliser avec le stepper bien que sa vitesse d'écriture soit une centaine de fois supérieure à celle du FIB. Il faut néanmoins se remémorer que le système Raith e_Line propose de faibles densités de courant comparées à d'autres instruments de type masqueurs laser. Des vitesses d'écriture plus élevées sont donc atteignables dans l'absolu avec cette technologie,

sans pour autant concurrencer la lithographie UV par projection. Par contre l'EBL prend une dimension industrielle dès qu'il s'agit de réaliser un moule pour la NIL. Lorsqu'elle a pu être mesurée, c'est-à-dire pour l'EBL et le stepper, la dispersion en fréquence est de seulement 0,03%. A noter cependant qu'elle n'a été mesurée que sur 20 résonateurs sur une surface de l'ordre du cm^2 pour l'EBL, et également sur 20 résonateurs répartis au centre (couronne de 50 mm) d'un wafer de 100 mm dans le cas du stepper.

Matériau	Moyen de fabrication	Période des électrodes (nm)	Fréquence de fonctionnement (MHz)	Facteur de qualité	Produit Qf
LiNbO ₃	FIB	700	2160		
PZT	FIB	500	3650	< 100	
Si/Diamant/ZnO	EBL	1000	5180	< 200	
Diamant/ZnO <i>BEN-PCVD</i>	EBL	1000	3800	1000	3,80E+12
Diamant/ZnO <i>Nanoseeding</i>	EBL	1000	3000	1500	4,50E+12
Quartz AT36 <i>Ray</i>	Stepper	1040	1500	3450	5,18E+12
Quartz AT36 <i>Ray synch</i>	EBL	643	2380	1750	4,17E+12
Quartz AT36 <i>Ray HicCup</i>	EBL	643	2400	1550	3,72E+12
Quartz AT36 <i>STW</i>	EBL	643	3820	1500	5,73E+12

Tableau 4-6 - Présentation des caractéristiques des résonateurs fabriqués et présentés dans le chapitre 4 : fréquence de fonctionnement et produit Qf.

Le Tableau 4-6 est un récapitulatif des résultats présentés dans ce chapitre 4. A chaque matériau étudié est associé le moyen de fabrication utilisé et nous donnons le meilleur résultat obtenu. Les résonateurs obtenus pas FIB ne permettent pas d'espérer stabiliser un oscillateur étant donné leur faible coefficient de qualité. En revanche, les résultats acquis sur substrats de diamant autosupportés recouverts d'une couche de ZnO nous laissent envisager une mise en œuvre possible d'une boucle d'oscillation. De même, les résultats obtenus sur quartz grâce au stepper et à l'EBL pourront faire l'objet d'une réalisation pratique. Bien que certains présentent des pertes d'insertion élevées, elles ne devraient pas compromettre leur insertion dans une boucle d'oscillation.

Chapitre 5 - Intégration et Caractérisation des Oscillateurs

Introduction

Parmi les résonateurs dont les caractéristiques sont reportées dans le chapitre précédent, trois types ont été sélectionnés pour leur haute pureté spectrale et leur coefficient de qualité compatibles avec une application « source ».

La première partie de ce chapitre va ainsi être consacrée à la mise en oscillation d'un résonateur fabriqué sur substrat composite fonctionnant à 3 GHz et présentant dans le meilleur des cas un coefficient de qualité de 1500. Nous verrons que dans les faits, une fois inséré dans la boucle d'oscillation, le coefficient de qualité chute, ne permettant pas d'atteindre les caractéristiques fonctionnelles escomptées.

La seconde partie concerne la mise en oscillation de deux résonateurs fabriqués sur quartz (YXI)/36°. Le premier est un résonateur fonctionnant à 1,5 GHz et le second un résonateur fonctionnant à 2,4 GHz. Nous présenterons dans un premier temps les méthodes d'encapsulation disponibles au sein de la centrale de technologie MIMENTO et nous verrons que dans ce cas également les propriétés des résonateurs, notamment au niveau des coefficients de qualité, ont été altérées. Nous terminerons par une caractérisation des oscillateurs.

I - Caractérisation d'oscillateurs à 3 GHz stabilisés par des résonateurs fabriqués sur substrats composites

Devant les difficultés rencontrées pour obtenir les résonateurs double-ports fonctionnant à 3 GHz (mode 2) dont les résultats ont déjà été discutés (Ch4-II-4), et n'étant pas en mesure de découper l'échantillon opérationnel avec une garantie de réussite, ce d'autant plus que le substrat est composé principalement de diamant, nous avons opté pour la mise en œuvre d'une boucle d'oscillation en exploitant le testeur sous pointes pour réaliser la connexion avec le résonateur. Une description de la boucle d'oscillation ainsi qu'une présentation des résultats obtenus vont être données ici.

I - 1 - La boucle d'oscillation

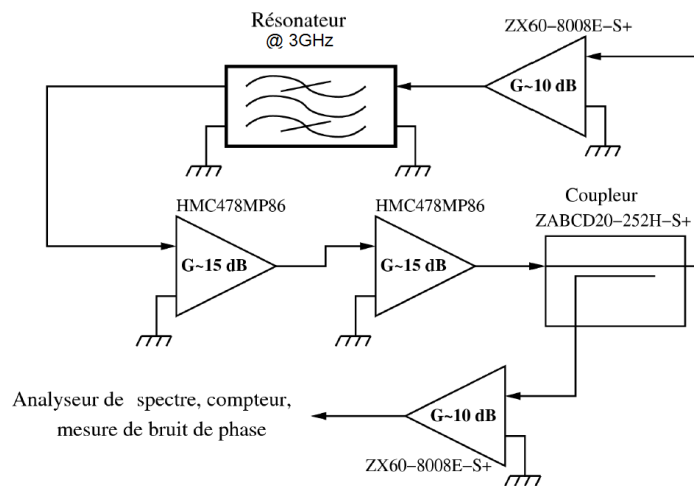


Figure 5-1 –Schéma de principe de la boucle d'oscillation.

L'oscillateur consiste en un quadripôle présentant le moins de pertes possible (typiquement 28 dB) avec une chaîne d'amplification en contre réaction, un coupleur permettant la mesure du signal ainsi engendré et un nouvel étage d'amplification en suite du coupleur pour isoler la boucle d'oscillation du synthétiseur utilisé lui pour l'asservissement nécessaire à la mesure du bruit de

phase et de stabilité moyen terme. L'étage d'amplification est composé de trois amplificateurs dont deux Hittite HMC478MP86 (+15 dB à 3 GHz) et un Mini-Circuits ZX60-8008E-S+ (+10 dB à 3 GHz), afin d'obtenir un gain cumulé de 40 dB. En effet, les trois mètres de câble du testeur sous pointes et le coupleur rajoutent des pertes, ce qui nécessite une amplification en conséquence. La Figure 5-1 illustre le principe de la boucle d'oscillation. Avant toute tentative de comptage, nous avons mesuré le niveau du signal à l'analyseur de réseau afin de vérifier la condition de Barkhausen en amplitude (gain de boucle supérieur à 1). La condition d'oscillation en phase a été ajustée en introduisant des éléments de déphasage (connecteur SMA) dans la boucle, la longueur des câbles n'ayant pas simplifié cette étape. La Figure 5-2 montre les fonctions de transfert des deux oscillateurs testés, avec leurs caractéristiques.

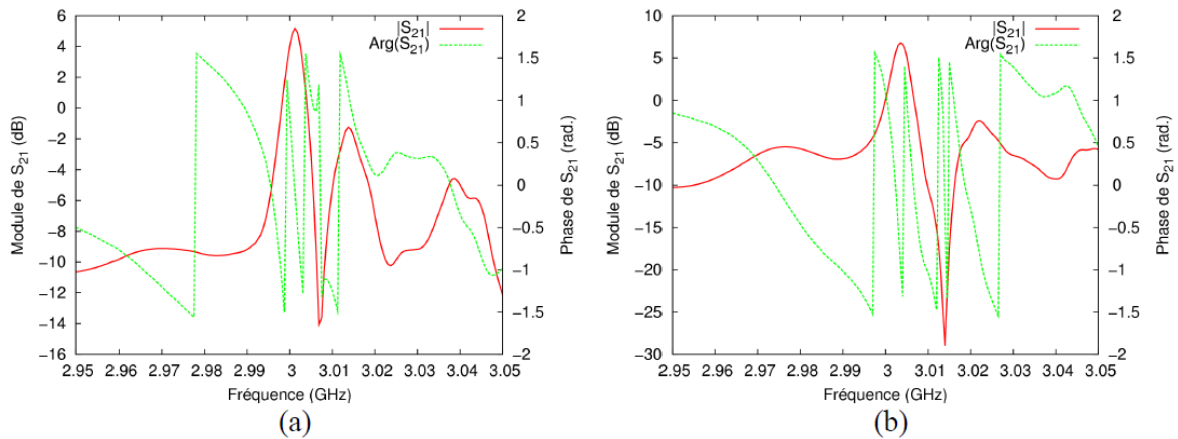


Figure 5-2 – Fonctions de transfert des deux boucles d'oscillation testées en stabilité de fréquence : (a) résonateur A centré en 3,0012 GHz, $Q = 650$ et (b) résonateur B centré en 3,0035 GHz, $Q = 780$.

I - 2 - Mesures de stabilité

Nous avons pu mesurer d'une part la stabilité moyen terme de l'oscillateur A sur une durée relativement faible (1 h), les contacts étant dégradés suite aux nombreuses mesures déjà effectuées sur le dispositif, et d'autre part la stabilité moyen terme de l'oscillateur B sur une durée de 4 h ainsi que son bruit de phase [131]. Les résultats concernant l'oscillateur B sont reportés sur la Figure 5-3, ceux obtenus pour l'oscillateur A étant du même ordre de grandeur. La valeur de stabilité relative sur une seconde est de 10^{-7} . Cette valeur modeste est à considérer à l'aune des mesures de stabilité thermique des résonateurs (voir chapitre 4) ainsi qu'aux difficultés liées à l'expérience elle-même (pas de contrôle en température, longueur des câbles, vibrations...). La

mesure du bruit de phase donne des valeurs de -76 dBc.Hz^{-1} à 1 kHz de la porteuse, de -100 dBc.Hz^{-1} à 10 kHz et un bruit plancher de -140 dBc.Hz^{-1} . Perfectible à bien des niveaux, il s'agit bien néanmoins de la démonstration de la fabrication d'un oscillateur stabilisé par un résonateur composite (diamant autosupporté / ZnO), qui ouvre la voie à de nouvelles perspectives de réalisations, notamment dans le cadre du projet OSCCAR_2^a.

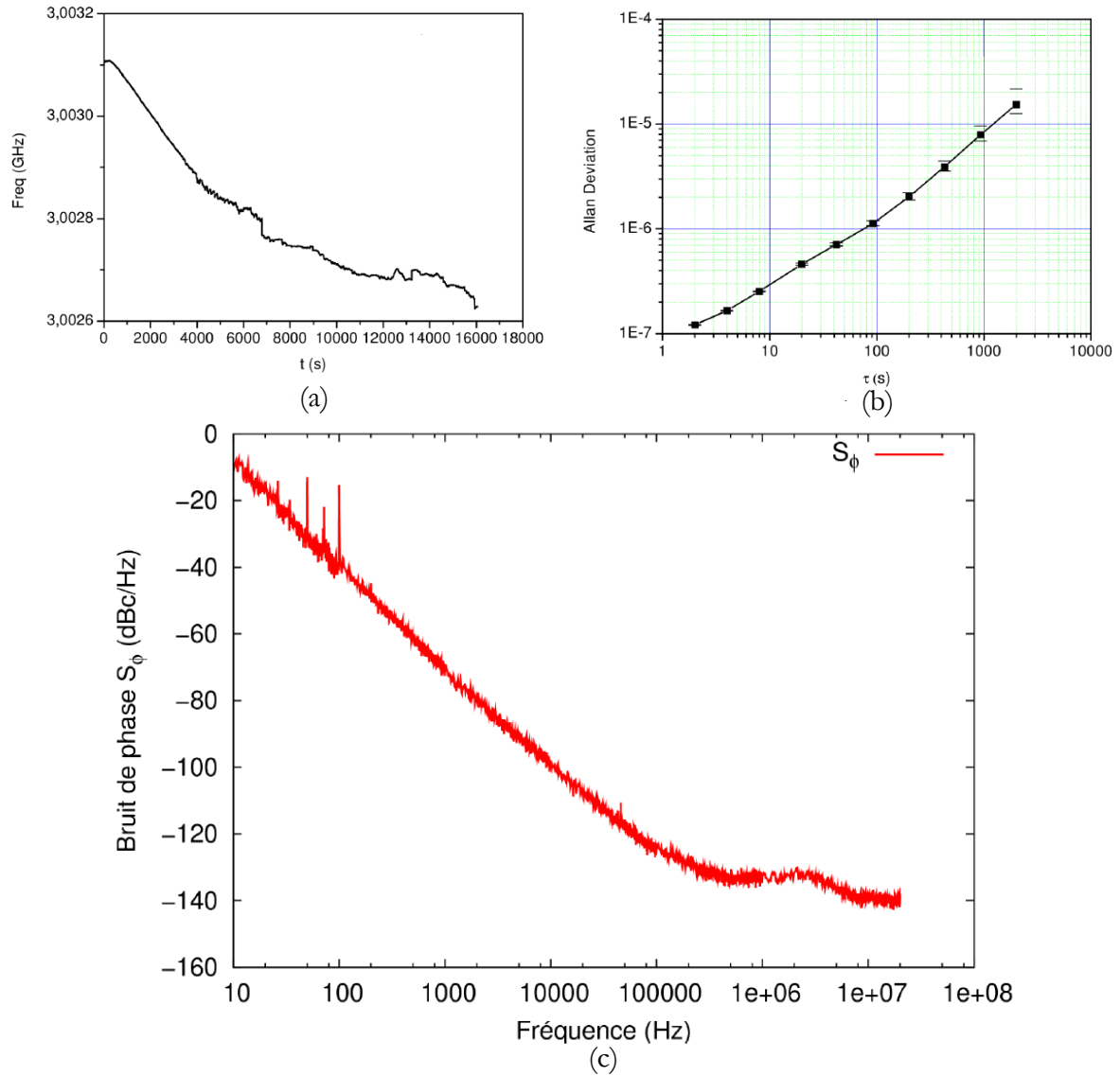


Figure 5-3 – Caractérisation de la stabilité de l'oscillateur B : (a) mesures temporelles brutes, (b) variance d'Allan, (c) bruit de phase.

^a Oscillateurs de très hautes stabilité et pureté spectrale à résonateurs à ondes élastiques guidées sur Substrats Composites à base de CARbone-diamant nanocristallin.

II - Caractérisation d'oscillateurs à 1,5 GHz et 2,4 GHz stabilisés par des résonateurs fabriqués sur quartz

II - 1 - Mise en boîtier

Les réalisations présentées dans le chapitre précédent montrent des caractérisations réalisées directement sur l'échantillon à l'aide d'un testeur sous pointes. Elles nous ont permis de mettre en évidence les difficultés liées à la mise en oscillation lorsque l'environnement proche du dispositif ainsi que les contacts entre le résonateur lui-même et l'électronique sont mal maîtrisés. Afin d'améliorer la maîtrise de ces paramètres, ce qui est critique si l'on veut rester au plus prêt des paramètres mesurés sous pointes (notamment le coefficient de qualité), il existe différents moyens de report qui permettent de conserver des surfaces libres de contraintes et de matières organiques. Elles permettent en outre de limiter les effets capacitifs et inductifs en limitant la longueur des fils de contact et en les plaçant de manière optimale pour ne pas gêner la propagation des ondes. Après découpe des dispositifs à la scie de précision, il existe principalement deux solutions pour encapsuler les résonateurs, toutes deux disponibles au sein de la centrale de technologie MIMENTO ; il s'agit du *ball-bonding* et du *flip-chip* pour lesquels nous proposons un bref descriptif ici.

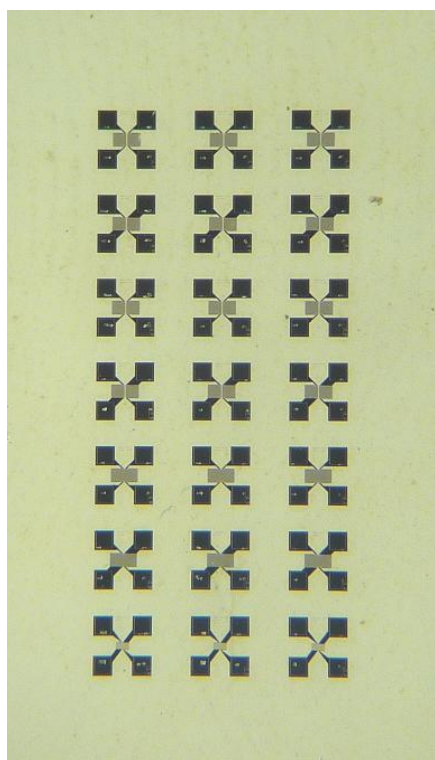
II - 1 - 1 - Le ball-bonding

Le *ball-bonding* consiste à établir un contact entre les quatre plots de contact du résonateur et les reports disponibles sur le boîtier à l'aide d'un fil d'or de diamètre 20 μm . Les fils d'or sont très généralement utilisés pour ce type de connexion car ils se déforment facilement lorsqu'une force est appliquée, surtout à haute température, et ne s'oxydent pas.

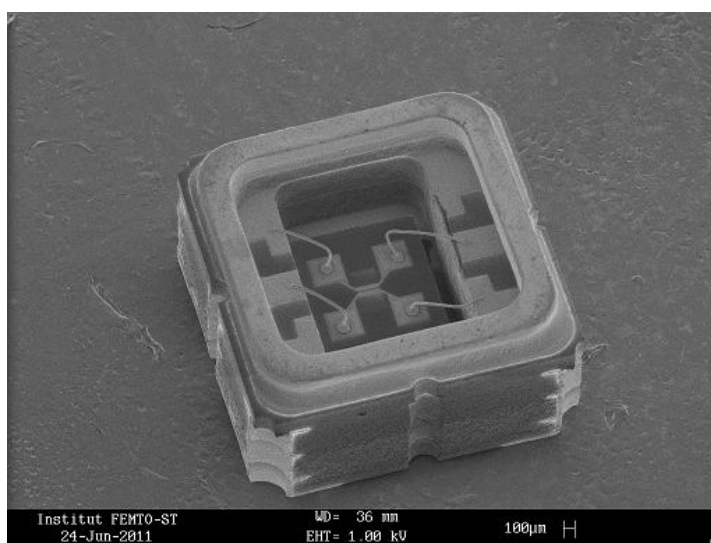
Le procédé consiste à faire passer un fil d'or à travers un capillaire et à faire fondre son extrémité à l'aide d'une décharge électrique ; la tension de surface du métal en fusion permet de former une petite boule, d'où le nom de *ball-bonding*. Cette boule de métal est ensuite pressée sur le bus de contact avec une force suffisante pour permettre la déformation plastique de la boule et l'interdiffusion des deux métaux, aidée par un chauffage du substrat à une température de l'ordre de 100°C et par une assistance ultrasonique. La première soudure ainsi réalisée, le capillaire est

amené sur la zone où doit avoir lieu la deuxième soudure. Le fil est alors mis en contact avec le deuxième bus et déformé par pression et assistance ultrasonique, combinée à un mouvement latéral du capillaire. Enfin, le serre fil se ferme et le capillaire remonte en cassant le fil juste au dessus de la soudure. Une quantité suffisante de métal reste disponible en bout de capillaire pour former une nouvelle boule pour la soudure suivante.

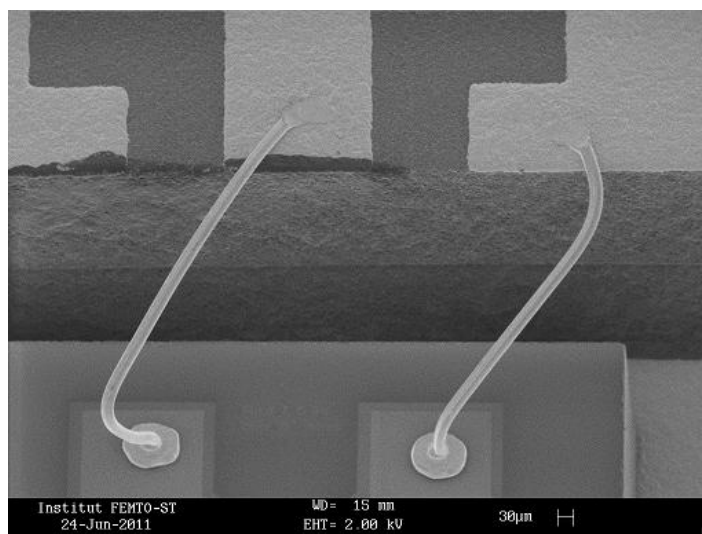
La Figure 5-4 (a) permet de visualiser l'échantillon de quartz avant découpe. Le morceau de quartz comportant le dispositif à OES ($1,2 \times 1,4 \text{ mm}^2$) est ensuite collé à l'intérieur du boîtier à l'aide de colle cyanolite et le *ball-bonding* est réalisé. Les images MEB de la Figure 5-4 (b et c) montrent le dispositif dans le boîtier et la qualité des soudures. La fermeture du boîtier est réalisée en collant un capot à la surface du boîtier à l'aide de colle epoxy.



(a)



(b)



(c)

Figure 5-4 – (a) Dispositifs double-ports sur plaquette de quartz avant découpe, (b) image MEB d'un dispositif monté dans un boîtier de $3 \times 3 \text{ mm}^2$, (c) gros plan (MEB) sur les plots de contact.

II - 1 - 2 - Le flip-chip

Dès le début des années 2000, de grands groupes comme EPCOS [132] s'intéressent à cette technologie empruntée aux procédés de la microélectronique afin de réduire la taille des boîtiers et d'améliorer leur intégration. Elle correspond à la connexion électrique directe de la face de la puce comportant les composants, dirigée vers le bas, sur un circuit imprimé par le biais de billes d'or appelées *bumps* avec une précision de $\pm 1 \mu\text{m}$. Ces *bumps* sont fabriqués lors d'une première étape grâce au *ball-bonding* (présenté précédemment) : des billes d'or sont déposées à la surface des plots de contact en or avant que la soudure soit réalisée par thermo-compression sur le circuit imprimé. La réduction de la longueur des fils de contact par rapport au *ball-bonding* (ils se réduisent dans ce cas à une boule d'or d'une centaine de microns de diamètre) conduit à l'amélioration de la qualité de la réponse électrique du dispositif ainsi connecté. Outre cet avantage, cette technique permet d'effectuer un *chip-size package* ; autrement dit, une fois la connectique effectuée en ce sens, la face arrière de la puce peut être recouverte d'un film polymère englobant puce et support pour former un boîtier à la taille du composant. La Figure 5-5 est une photo du dispositif reporté sur un circuit imprimé dessiné spécifiquement.

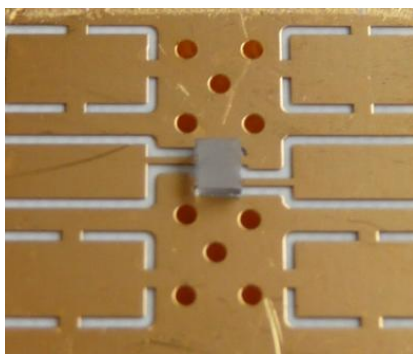


Figure 5-5 –Photo d'un résonateur (au centre) monté par flip-chip sur un circuit imprimé. La dimension du morceau de quartz sur lequel est fabriqué le résonateur est de $1,2 \times 1,4 \text{ mm}^2$.

II - 2 - Caractérisation des oscillateurs à 1,5 GHz et 2,4 GHz

II - 2 - 1 - La boucle d'oscillation

Nous avons tout d'abord choisi dans chaque série de résonateurs fabriqués sur quartz, ceux ayant les caractéristiques les plus à même de stabiliser un oscillateur, c'est-à-dire avec des pertes d'insertion maîtrisées, un rejet des pics parasites de plus de 10 dB et une rotation de phase de

l'ordre de 170° . Ces caractéristiques ont ensuite été mesurées de nouveau après découpe et encapsulation car il s'agit d'une étape cruciale. On s'est ainsi aperçu pour les résonateurs à 1,5 GHz que ceux montés par *flip-chip* permettaient d'obtenir des résultats plus fidèles, comparés à ceux connectés par *ball-bonding*. Le facteur de qualité n'est alors affecté que d'une chute de 3 % et la rotation de phase conserve son niveau.

Nous avons eu la chance de pouvoir caractériser au CELAR (Centre d'Electronique de L'ARmement) deux des résonateurs sélectionnés. Le premier est un résonateur à 1,5 GHz monté par *flip-chip* et le second est un résonateur à 2,4 GHz encapsulé par *ball-bonding*. Nous n'avons pas pu caractériser le résonateur fondé sur des ondes STW (fonctionnant à 3,8 GHz) par manque de composants pour la conception d'une troisième boucle. La boucle d'oscillation est schématisée sur la Figure 5-6 et une photo de l'oscillateur complet dans son boîtier est présentée sur la Figure 5-7 ; il est à noter qu'aucun effort de miniaturisation n'a été fourni lors de cette mise en œuvre, mais nous estimons qu'il est envisageable d'intégrer ce type d'oscillateur sur une puce de 1 cm^2 . Lors de la mise en oscillation du résonateur à 1,5 GHz ($IL = -11\text{ dB}$), un seul amplificateur Mini-Circuit PMA5456 a été nécessaire. En revanche, pour celle du résonateur à 2,4 GHz dont les pertes d'insertion sont de 18 dB, un second amplificateur Hittite HRC474 a été ajouté afin de satisfaire les conditions de Barkhausen. La sortie du coupleur Hittite DBTC-10-1 est reliée à un amplificateur Hittite HRC479 avant d'être connecté à l'analyseur de spectre. La fonction de transfert de l'oscillateur fonctionnant à 2,4 GHz et testé au CELAR est présentée sur la Figure 5-8.

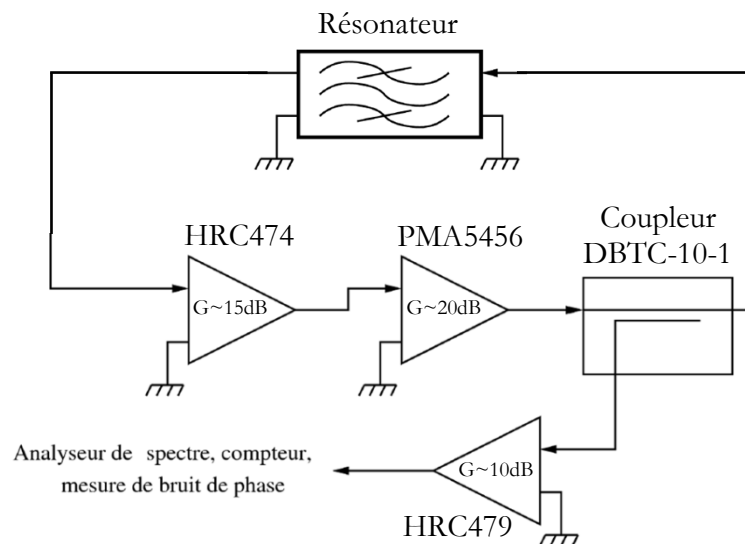


Figure 5-6 – Schéma de principe de la boucle d'oscillation.



Figure 5-7 –Photo du résonateur inséré dans la boucle d'oscillation composée de deux amplificateurs et d'un coupleur dont la sortie est elle-même reliée à un amplificateur avant de sortir vers l'analyseur de spectre.

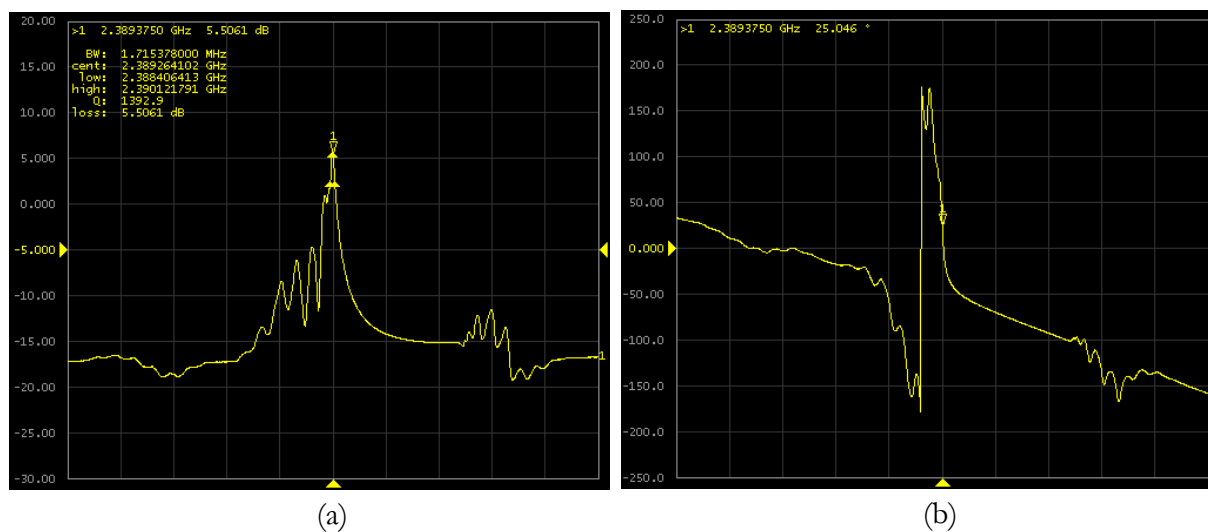


Figure 5-8 – Fonctions de transfert de la boucle d'oscillation fonctionnant à 2,4 GHz : fonction de transfert (a) et phase (b) - $f = 2,3892$ GHz, $Q = 1394$, $IL = + 5,5$ dB.

II - 2 - 2 - Mesure de bruit de phase

Les résultats de mesure de bruit de phase obtenus pour les deux résonateurs sont reportés sur la Figure 5-9 et la Figure 5-10. Nous obtenons pour l'oscillateur à 1,5 GHz des bruits de phase de -77 dBc.Hz^{-1} à 1 kHz de la porteuse et -111 dBc.Hz^{-1} à 10 kHz. Pour l'oscillateur à 2,4 GHz, nous obtenons les valeurs de -72 dBc.Hz^{-1} à 1 kHz de la porteuse et -97 dBc.Hz^{-1} à 10 kHz. Les bruits plancher sont respectivement de -165 dBc.Hz^{-1} et de -158 dBc.Hz^{-1} . En outre, une modulation intervient autour de 10 MHz pour l'oscillateur à 2,4 GHz ; il faudrait étendre la mesure pour pouvoir identifier ce comportement.

Même si la fréquence de Leeson est difficile à mesurer étant donnée l'allure non conventionnelle des courbes, ces résultats montrent l'importance du facteur Q_f du résonateur pour la stabilisation d'un oscillateur et les efforts à fournir pour l'améliorer, ces résultats ne nous permettant pas de nous placer au niveau de l'état de l'art.

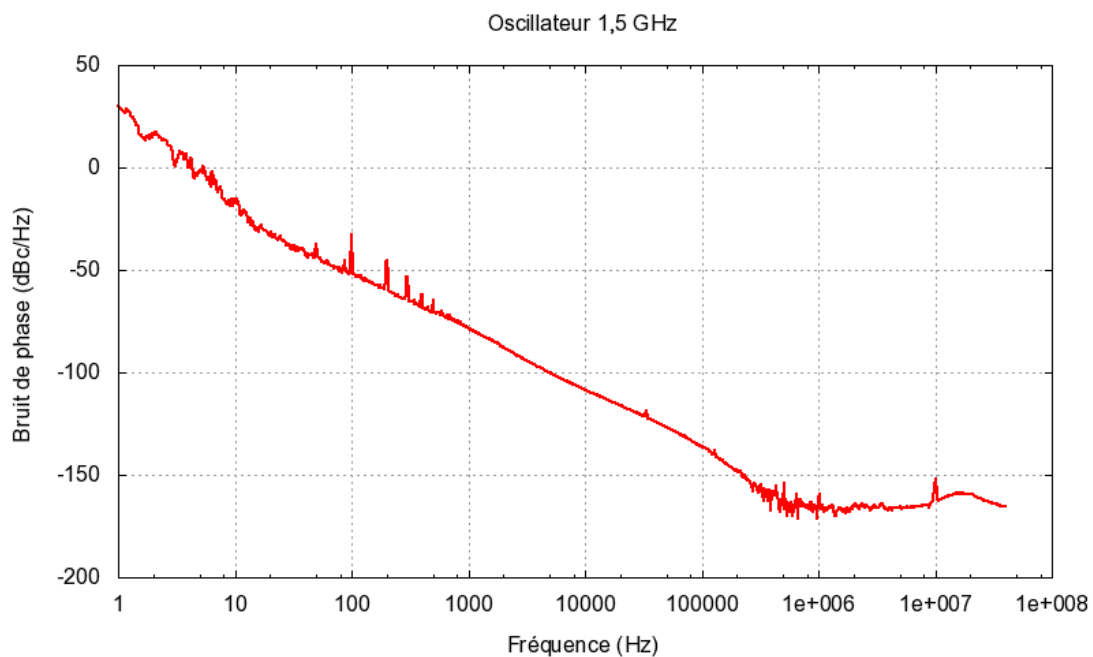


Figure 5-9 – Mesure du bruit de phase de l'oscillateur à 1,5 GHz.

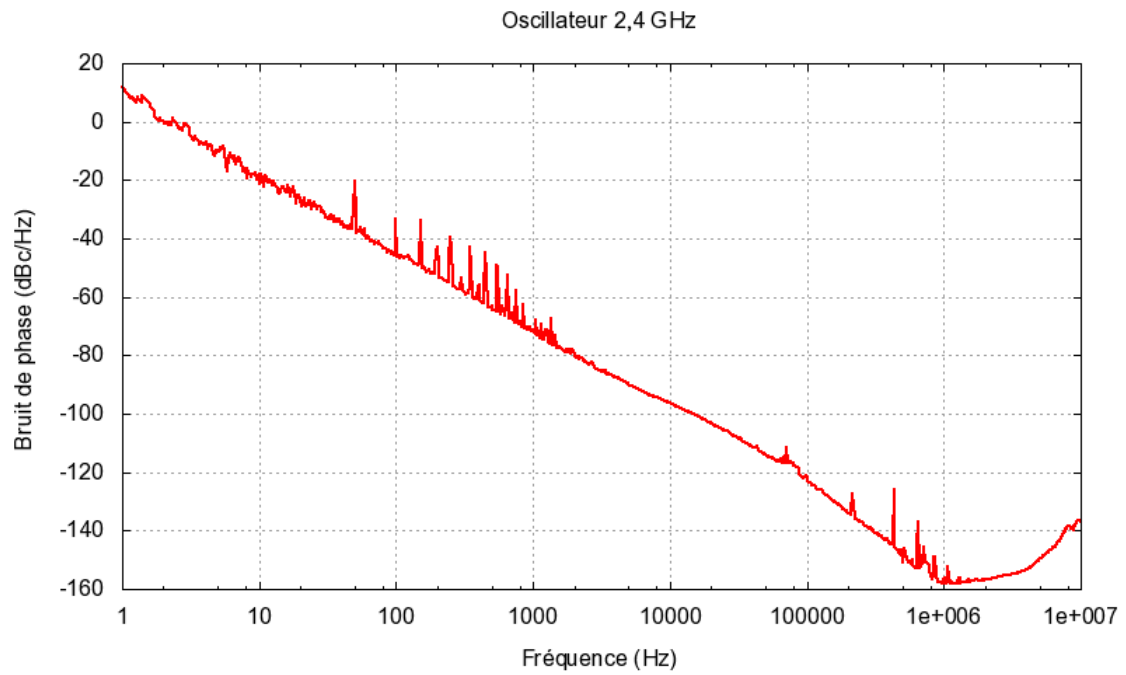


Figure 5-10 – Mesure de bruit de phase de l'oscillateur à 2,4 GHz

Conclusion

Dans ce cinquième et dernier chapitre, nous avons présenté l'aboutissement de nos travaux, c'est-à-dire la mise en œuvre de trois boucles d'oscillation stabilisées par des résonateurs à OES. La première boucle d'oscillation est stabilisée par un résonateur fabriqué sur substrat de diamant nanocristallin recouvert d'une couche de ZnO. Le résultat obtenu, certes modeste, de -100 dBc.Hz^{-1} à 10 kHz de la porteuse est à considérer en prenant en compte les difficultés rencontrées tant au niveau de la fabrication du résonateur, que celles rencontrées lors de la mise en oscillation proprement dite. Nous avons dans un second temps étudié deux oscillateurs stabilisés par des résonateurs fabriqués sur quartz. Là encore, les problèmes au niveau des procédés de lithographie ne nous ont par permis d'obtenir des résonateurs présentant des produits Qf avant encapsulation supérieurs à 6.10^{12} . Notons cependant que nous avons identifié des éléments susceptibles d'amélioration dont l'impact sur la qualité de la résonance est primordial. Les oscillateurs ainsi fabriqués sont caractérisés dans le meilleur des cas par un bruit de phase de -111 dBc.Hz^{-1} à 10 kHz de la porteuse, ce qui ne satisfait pas non plus aux exigences stipulées dans les objectifs à atteindre, même si les paliers de bruit mesurés s'approchent des limites physiques généralement admises (bruit thermique -175 dBc.Hz^{-1}). Néanmoins, nous avons fait la démonstration de notre capacité à encapsuler proprement les résonateurs fabriqués afin de conserver au mieux leurs qualités intrinsèques et à les intégrer au sein d'une boucle d'oscillation dont les caractéristiques ont été mesurées. Les différents leviers permettant d'améliorer ces résultats ont été présentés à chaque étape décisive et vont être récapitulés en détail dans la conclusion générale.

Conclusion Générale

Nous avons présenté dans le premier chapitre le principe de la génération des OES et fixé le contexte et les objectifs de ce travail. Il s'agissait d'identifier des matériaux innovants et les moyens de lithographie associés afin de définir des électrodes avec une haute résolution, dans le cadre d'une demande de résonateurs à haute fréquence permettant de stabiliser des sources de faible bruit. Les chapitres 2 et 3 ont été consacrés à la présentation des différentes techniques de lithographie que nous avons mises en œuvre pour fabriquer les résonateurs. Il s'agit de la gravure par faisceau d'ions focalisés, de la lithographie électronique et de la lithographie UV par projection. Nous avons expliqué le principe et les limitations associés à chaque technique, que nous avons illustrés au travers de réalisations pratiques dans les chapitres 4 et 5.

Nous avons étudié dans un premier temps une céramique piézoélectrique, le PZT. Une nouvelle méthode de croissance par épitaxie, développée par l'équipe du Professeur Triscone, nous laissait présager des applications intéressantes dans le domaine de composants à OES. En effet, la haute qualité cristalline du matériau ainsi fabriqué associée à des coefficients de couplage naturellement élevés (plusieurs pourcents) en font un excellent candidat pour la fabrication de résonateurs à OES pour le domaine des hautes fréquences. Cependant, la petite taille des substrats synthétisés ($< 4 \times 4 \text{ mm}^2$) nous a obligé à développer une méthode innovante pour définir les électrodes à la surface du matériau. Il s'agit de la gravure par faisceau d'ions focalisés qui permet de graver directement les électrodes dans une couche d'aluminium préalablement déposée. Bien que séduisante, cette méthode induit la modification du substrat sous le bombardement ionique qui conduit à une altération de ses propriétés, ce que nous avons montré au travers de simulations réalisées grâce au logiciel SRIM. Ainsi, nous n'avons pas été en mesure de fabriquer des résonateurs présentant des produits Qf supérieurs à $3,5 \cdot 10^{11}$ sur ce matériau, mais avons fait la preuve à la fois de notre capacité à obtenir des électrodes proprement définies par gravure FIB et du fort potentiel des céramiques PZT étant donnés leurs coefficients de couplage élevés (1 à 3%). Nous avons également étudié, dans le cadre du projet partenarial Oscar, une configuration de matériaux de type silicium/diamant/couche piézoélectrique. Cette configuration permet de tirer partie de la très grande vitesse de propagation des ondes sur diamant (de l'ordre de 10000 m.s^{-1}) et d'exciter ces ondes grâce au matériau piézoélectrique déposé à sa surface. Un procédé de lithographie électronique robuste a été développé, fondé sur l'utilisation de la diffusion des électrons à l'intérieur de la résine, conduisant à la réalisation dans une couche de PMMA d'un

profil propice au *lift-off* ; ce phénomène a été illustré par des simulations réalisées grâce au logiciel Casino. Ce procédé nous a permis de fabriquer des centaines de résonateurs sur des empilements différents et nous a conduit à identifier la combinaison d'un substrat de diamant autosupporté recouvert d'une couche de ZnO comme la seule compatible avec nos applications RF. En effet, elle offre à la fois une rugosité de surface suffisamment faible (< 2 nm RMS) compatible avec l'étape de lithographie électronique, et une propension du film piézoélectrique à convertir efficacement l'énergie injectée dans le résonateur. L'environnement multipartenaires a rendu la mise au point de ce résonateur longue et difficile, et il reste des points à améliorer, notamment le contrôle de l'épaisseur de la couche de ZnO. Toutefois, nous avons réussi à mettre au point une série de résonateurs suffisamment performants pour envisager la stabilisation d'un oscillateur. Nous avons obtenu des résonateurs fonctionnant à 3 GHz et présentant dans le meilleur des cas un facteur de qualité de 1500. L'oscillateur stabilisé par un tel résonateur est caractérisé par un bruit de phase de 100 dBc.Hz^{-1} à 10 kHz de la porteuse.

En parallèle de ces travaux, nous avons tenté d'identifier des points de fonctionnement à haute fréquence sur un matériau standard pour le domaine des OES, à savoir le quartz (YXI)/ 36° . Une attention particulière a été portée à la conception des résonateurs que nous avons fabriqués grâce à deux méthodes, l'EBL et le stepper. Nous avons dans un premier temps réalisé un résonateur fonctionnant à 1,5 GHz, afin de tirer parti de la plus haute résolution (500 nm) atteignable avec le stepper, associé au procédé standard utilisant une bicouche pour obtenir un profil propice au *lift-off*. Dans un second temps, nous avons repris le procédé d'EBL utilisé pour la fabrication de résonateurs sur substrats composites mais avons constaté la très forte rugosité de bord des électrodes ainsi fabriquées (8 à 20 % selon leur taille), qui a conduit de facto à la limitation du facteur de qualité des résonateurs. Les résultats obtenus nous ont permis d'identifier trois séries de résonateurs compatibles avec une application source : les deux premières étaient fondées sur des ondes de Rayleigh, la première à 1,5 GHz ($Q = 3450$) fabriquée par stepper, la seconde à 2,4 GHz ($Q = 1750$) fabriquée par EBL et la troisième série était fondée sur des ondes STW. Un produit Qf de $5,7 \cdot 10^{12}$ a alors été obtenu à une fréquence de 3,8 GHz. Les étapes de packaging ont été présentées et parmi les différents résonateurs montés, nous avons choisi deux candidats ayant des propriétés fonctionnelles élevées afin qu'ils soient caractérisés au CELAR. Le meilleur résultat a été obtenu pour l'oscillateur à 1,5 GHz avec un bruit de -111 dBc.Hz^{-1} à 10 kHz de la porteuse.

Ces travaux illustrent notre forte implication dans le développement de procédés de lithographie au sein de la centrale de technologie MIMENTO pour l'obtention de résonateurs fonctionnant à

haute fréquence, mais ne nous ont pas permis de nous placer à l'état de l'art dans ce domaine, que ce soit sur quartz [24] ou sur substrat composite [26]. En revanche, nous pouvons identifier des marges de progression qui ont été mises en évidence dans ce manuscrit. Tout d'abord, notre capacité à stabiliser un oscillateur grâce à un résonateur fabriqué sur substrat composite est à considérer à l'aune des difficultés rencontrées. Le calibrage de l'épaisseur de dépôt de ZnO afin de se placer dans les conditions prévues par la simulation (mode 3), ainsi qu'un packaging standard devraient nous permettre d'améliorer de façon significative le bruit de phase de ce type d'oscillateur. Ensuite, en ce qui concerne les résonateurs sur quartz, la qualité de définition des électrodes joue un rôle prépondérant pour atteindre des coefficients de qualité élevés, et nous nous sommes attachés à développer un nouveau procédé de lithographie électronique afin de l'améliorer. Des tests de réalisation sont actuellement en cours pour identifier le gain que peut apporter ce procédé. Les réalisations sur stepper permettent d'ores et déjà la fabrication de résonateurs ayant des produits Qf de 5.10^{12} sur quartz et des développements sont actuellement en cours pour améliorer la résolution (350 nm visés) ; il ne sera pas possible de fabriquer des résonateurs très haute fréquence par ce biais sur quartz, mais il s'agit en revanche d'une démonstration de principe qui permettrait la fabrication de résonateurs à plus de 7 GHz sur substrats composites de manière industrielle, si tant est que la fabrication de diamant soit possible sur substrat de 100 mm. Ceci s'inscrit d'ailleurs dans le projet OSCCAR_2, « Oscillateurs de très hautes stabilité et pureté spectrale à résonateurs à ondes élastiques guidées sur Substrats Composites à base de CARbone-diamant nanocristallin », qui a été sélectionné lors de l'appel à projet ASTRID 2011. En parallèle de ces développements technologiques, l'équipe CoSyMa est engagée dans le développement permanent de ses outils de simulation qui devraient jouer un rôle prépondérant dans la conception des résonateurs. En effet, la conception devient cruciale lorsqu'on monte en fréquence, à la fois pour assurer la haute pureté spectrale, mais également pour identifier des configurations idoines afin de compenser au mieux la dérive thermique [33].

Bibliographie

- [1] P. Curie and J Curie, "Développement par pression, de l'électricité polaire dans les cristaux hémiedres à faces inclinées," *Comptes rendus de L'académie des sciences*, 1880.
- [2] P Curie and Curie J., "Contractions et dilatations produites par des tensions électriques dans les cristaux," *Comptes rendus de l'académie des sciences*, 1881.
- [3] (2011, mai) site de la société Bright Crystals. [Online]. <http://www.brightcrystals.com>
- [4] M. Ourak, J.M. Rouvaen, B. Nongaillard, G. Waxin, and E. Bridoux, "Production d'ondes acoustiques de surface focalisées et utilisation en contrôle non destructif," *Revue de physique appliquée*, vol. 21, pp. 417-424, 1986.
- [5] D.P. Morgan, "A history of surface acoustic wave devices," *International journal of high speed electronics and systems*, vol. 10, no. 3, pp. 553-602, 2000.
- [6] R.M. White and F.W. Voltmer, "Direct piezoelectric coupling to surface elastic waves," *Applied physics letters*, vol. 7, pp. 314-316, 1965.
- [7] Lord Rayleigh, "On waves propagating along the plane surface of an elastic solid," *Proc. of the london Mathematical society*, vol. 17, pp. 4-11, 1885.
- [8] E. Dieulesaint and D. Royer, *Ondes élastiques dans les solides, tome 2*, Masson, Ed., 1999.
- [9] R.H. Tancrèll, M.B. Schulz, H.H. Barett, L. Davis, and M.G. Holland, "Dispersive delay lines using ultrasonic surface waves," *Proc. of the IEEE*, vol. 57, no. 6, pp. 1211-1213, 1969.
- [10] E.A. Ash, "Surface wave gratings reflectors and resonators," *Proc. of the IEEE international microwave symposium*, pp. 385-386, 1970.
- [11] S. Ballandras and W. Steichen, *Composants acoustiques utilisés pour le filtrage - Modèles et outils de simulation*, Techniques de l'ingénieur, Ed., 2010.
- [12] R.H. Tancrèll and M.G. Holland, "Acoustic surface wave filters," *Proc. of the IEEE*, vol. 59, no. 3, pp. 393-409, 1971.
- [13] M Lewis, "Saw filters employing interdigitated interdigital transducers IDT," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 12-17, 1982.
- [14] C.C.W. Ruppel, A.A. Sachs, and F.J. Seifert, "A review of optimization algorithms for the design of saw transducers," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 73-88, 1991.

- [15] C.C.W. Ruppel, W. Ruile, G. Scholl, K.C. Wagner, and O. Manner, "Review of models for low loss filter design and applications," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 313-324, 1994.
- [16] H.F. Tiersten and R.C. Smythe, "Guided acoustic surface wave filters," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 293-294, 1975.
- [17] G. Martin and B Wall, "A saw resonator filter using longitudinal and transverse modes," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 53-55, 1996.
- [18] W. Soluch, "Design and properties of STW asynchronous resonators on quartz," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics and frequency control*, vol. 54, no. 2, pp. 413-417, 2007.
- [19] J.F. Dias and H.E. Karrer, "Stress effects in acoustic surface wave circuits and applications to pressure and force transducers," *IEEE solid-state circuits conference, digest of technical papers, IEEE International*, pp. 166-167, 1974.
- [20] R. Boudot, "Oscillateurs micro-ondes à haute pureté spectrale," *Thèse de doctorat de l'université de Franche-Comté*, 2006.
- [21] E Rubiola, *Phase noise and frequency stability in oscillators*, Cambridge University Press, Ed., 2010.
- [22] T.E. Parker and G.K. Montress, "Precision surface acoustic wave oscillators," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics and frequency control*, vol. 35, no. 3, pp. 342-364, 1988.
- [23] I.D. Avramov, O. Ikata, T. Matsuda, and Y. Satoh, "High performance surface transverse wave based voltage controlled feedback oscillators in the 2.0 to 2.5 GHz range," *Proc. of the international frequency control symposium*, pp. 519-527, 1998.
- [24] C.E. Hay and M.E. Harrell, "2.4 GHz and 2.5 GHz miniature, low-noise oscillators using surface transverse sustaining amplifier," *Proc. of IEEE international frequency control symposium*, pp. 174-179, 2004.
- [25] V.U. Prechtel et al., "Diamond-based SAW oscillator at 1 GHz," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 199-202, 2004.
- [26] S. Fujii, Y. Takada, and H. Harima, "Low phase noise VCSO with diamond SAW resonators," *Proc. of the frequency control symposium*, pp. 499-502, 2005.
- [27] J.A. Kosinski, R. Pastore, and I.D. Avramov, "Theoretical and experimental evidence for superior intrinsic Q of STW devices on rotated Y-cut quartz ," *Proc. of the joint meeting of the european frequency and time forum and the IEEE international frequency control symposium*, vol. 2, pp. 867-870, 1999.

- [28] B.A. Auld, Gagnepain J.J., and M.G. Holland, "Temperature dependance of surface acoustics wave velocity on alpha-quartz," *Electronic letter*, vol. 12, pp. 650-651, 1976.
- [29] G.K Montress, T.E. Parker, and Andrea D., "Review of SAW Oscillators Performance," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 43-54, 1994.
- [30] I. Avramov, V. Aliev, S. Denissenko, and A.S. Koslov, "2 GHz surface transverse wave resonators - Design, Performance, Limitations," *Proc. of the international frequency control symposium*, pp. 459-468, 1995.
- [31] M. Pereira da Cunha, E.L. Adler, and D.C. Malocha, "HVPSAW sensitivity to film properties for ZnO/diamond/Si structures," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, vol. 1, pp. 283-286, 2000.
- [32] H. Nakahata et al., "Diamond SAW filter for 2,488 Gbps retiming," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 319-322, 1998.
- [33] S. Fujii, S Kawano, and T Umeda, "Diamond SAW resonators with SiO₂/ZnO/IDT/ZNO/Diamond struture," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 2367-2370, 2007.
- [34] A. Hachigo, H. Nakahata, K. Itakura, S. Fujii, and S. Shikata, "10 GHz narrow band SAW filters using diamond," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 325-328, 1999.
- [35] F. Benedic et al., "Surface acoustic wave devices based on nanocrystallne diamond and aluminum nitride," *Diamond and related materials*, vol. 13, pp. 347-353, 2004.
- [36] T. Uemura et al., "Low loss diamond SAW devices by small grain size poly-cristalline diamond," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 431-434, 2002.
- [37] O. Elmazria et al., "Nanocrystalline diamond films for surface acoustic wave devices," *Diamond and related materials*, vol. 15, pp. 193-198, 2006.
- [38] E Dogheche, D. Remiens, S. Shikata, A. Hachigo, and H. Nakahata, "High frequency surface acoustic wave devices based on LiNbO₃/Diamond multilayered structure," *Applied physics letters*, vol. 87, no. 21, 2005.
- [39] T. Omori, K.Y. Hashimoto, and M. Yamaguchi, "PZT thin films for SAW and BAW devices," *International symposium on acoustic wave devices for future mobile communication systems*, 2001.
- [40] S.Y. Chu, T.Y. Chen, I.T Tsai, and W. Water, "Doping effects of Nb additives on the piezoelectric and dielectric properties of PZT ceramics and its application on SAW device," *Sensors and actuators*, vol. A, no. 113, pp. 198-203, 2004.

- [41] Y.J. Hsiao, T.H. Fang, Y.H. Chang, Y.S. Chang, and S. Wu, "Surface acoustic wave characteristics and electromechanical coupling coefficient of lead zirconate titanate thin films," *Materials letter*, vol. 60, pp. 1140-1143, 2006.
- [42] H. Odagawa, T. Tsuji, and K. Yamanouchi, "10 GHz range low loss wide band unidirectional SAW filters using sub-0,1 μm width narrow-gap electrodes," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 1587-1590, 1996.
- [43] K. Yamanouchi, "Generation, propagation, and attenuation of 10 GHz-Range SAW in LiNbO_3 ," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 57-62, 1998.
- [44] M. Loschonsky et al., "Electron beam processed SAW devices for sensor applications," *Proc. of the 6th international multi-conference on systems, signals and devices*, pp. 1-4, 2009.
- [45] S. Lehtonen et al., "SAW impedance element filters towards 5GHz," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 369-372, 1998.
- [46] G.F. Iriarte, "E-beam lithography of nano-interdigital transducers on insulating and semiconducting substrates," *Microsystem technologies*, vol. 16, pp. 2023-2027, 2010.
- [47] L. Fu-Der and Jui-Ming H, "Increasing the maximum operating frequency of SAW filters fabricated using an I-line source," *Microelectronic engineering*, vol. 86, pp. 1300-1302, 2009.
- [48] T. Hesjedal, W. Seidel, and H. Kostial, "Near-field phase shift photolithography for high-frequency SAW transducers," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 247-250, 2002.
- [49] S. Nagamachi and U. Masahiro, "Focused ion beam direct deposition and its applications," *Journal of vacuum science and technology B*, vol. 16, no. 4, pp. 2515-2521, 1998.
- [50] N.H. Chen, J.C. Huang, C.Y. Wang, and F.S. Huang, "Fabrication of a GHz band surface acoustic wave filter by UV-nanoimprint with an HSQ stamp," *Journal of micromechanics and microengineering*, vol. 21, no. 4, p. 045021, 2011.
- [51] G.F. Cardinale et al., "Fabrication of a surface acoustic wave-based correlator using step-and-flash imprint lithography," *Journal of vacuum science and technology B*, vol. 6, pp. 3265-3270, 2004.
- [52] P. Kirsch et al., "Combination of e-beam lithography and of high velocity AlN/Diamond-Layered Structure for SAW filters in X band," *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, vol. 54, no. 7, pp. 1486-1491, 2007.
- [53] L. Pain, S. Tedesco, and C. Constancias, "Direct Write lithography : the global solution for R&D and manufacturing," *Physique*, vol. 7, pp. 910-923, 2006.
- [54] P.J. Breton, "From microns to nanometers : early landmarks in the science of scanning

- electron microscope imaging," *Scanning microscopy*, vol. 13, no. 1, pp. 1-6, 1999.
- [55] T.E. Everhart and R.F.M. Thornley, "Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents," *Journal of scientific instruments*, vol. 37, no. 7, pp. 246-248, 1960.
- [56] G.E. Moore, "Cramming more components onto integrated circuits," *Electronics*, vol. 38, no. 8, 1965.
- [57] O.C. Wells, *Electron beam in microelectronics, in Introduction to electron beam technology*, Robert Bakish, Ed., 1962.
- [58] M. Hatzakis, "Electron resists for microcircuit and mask production," *Journal of the electrochemical society*, vol. 116, pp. 1033-1037, 1969.
- [59] M. Repoux, J. Ruste, F. Grillon, and F. Robaut, *Microscopie électronique à balayage et microanalyses*, EDP Sciences, Ed., 2009.
- [60] M. Gesley, "Thermal field emission optics for nanolithography," *Journal of applied physics*, vol. 65, no. 3, pp. 914-926, 1989.
- [61] Avec l'aimable permission du Dr Piazenski, Raith GmbH.
- [62] T.H.P. Chang, "Proximity effect in electron-beam lithography," *Journal of vacuum science and technology*, vol. 12, pp. 1271-1275, 1975.
- [63] W.H. Arnold et al., *Handbook of microlithography, micromachining and microfabrication*, SPIE ed., P. Rai-Choudhury, Ed., 1997, vol. Volume 1 : Microlithography.
- [64] S.Y. Lee and K. Anbumony, "Analysis of three dimensional proximity effect in electron-beam lithography," *Microelectronic engineering*, vol. 83, no. 2, pp. 336-344, 2006.
- [65] I. Raptis, N. Glezos, E. Valamontes, E. Zervas, and P. Argitis, "Electron beam lithography simulation for high resolution and high density patterns," *Vacuum*, vol. 62, no. 2-3, pp. 263-271, 2001.
- [66] Y. Yau, R.F.W. Pease, A. Iranmanesh, and K. Polasko, "Generation and applications of finely focused beams of low-energy electrons," *Journal of vacuum science and technology*, vol. 19, no. 4, 1981.
- [67] M. Parikh, "Self consistent proximity effect correction technique for resist exposure (SPECTRE)," *Journal of vacuum science and technology*, vol. 15, no. 3, pp. 931-933, 1978.
- [68] H. Hubner, "Strategy for the correction of the proximity effect in electron beam lithography," *Microelectronic engineering*, vol. 18, no. 4, pp. 275-293, 1992.
- [69] J. Zhang, M. Fouad, M. Yavuz, and B. Cui, "Charging effect reduction in electron beam lithography with nA beam current," *Microelectronic engineering*, vol. in press,

doi:10.1016/j.mee.2010.12.103, 2011.

- [70] Y. Saida, T. Okubo, J. Sasaki, T. Konishi, and M. Morita, "Evaluation of the new- type ESPACER adopted for its removal after post-exposure bake process," *Proc. of SPIE, Conference on photomask and next-generation lithography mask technology XII*, vol. 5853, 2005.
- [71] B.P. Van der Gaag and A. Sherer, "Microfabrication below 10nm," *Applied physics letter*, vol. 56, no. 5, pp. 481-483, 1990.
- [72] R.E. Howard, E.L. Hu, and L.D. Jackel, "Multilevel resist for lithography below 100nm," *Electron devices, IEEE transactions*, vol. 28, no. 11, pp. 1378-1381, 1981.
- [73] Y. Chen, K. Peng, and Z. Cui, "A lift-off process for high resolution patterns using PMMA/LOR resist stack," *Microelectronic engineering*, vol. 73-74, pp. 278-281, 2004.
- [74] M. Hatzakis, "Recent developments in electron-resist evaluation technique," *Journal of vacuum science and technology*, vol. 12, no. 6, pp. 1276-1279, 1975.
- [75] (2011, July) site de la société MicroChem. [Online]. http://www.microchem.com/pdf/PMMA_Data_Sheet.pdf
- [76] D. Drouin et al., "CASINO V2.42 - a fast and easy-to-use modeling tool for scanning electron microscopy and microanalysis users," *Scanning*, vol. 29, no. 3, pp. 92-101, 2007.
- [77] D. Drouin. (2011, Aug.) site du logiciel Casino. [Online]. <http://www.gel.usherbrooke.ca/casino/index.html>
- [78] J.H. Orloff and L.W. Swanson, "Study of a field-ionization source for microprobe applications," *Journal of vacuum science and technology*, vol. 12, pp. 1209-1213, 1975.
- [79] L.W. Swanson, G.A. Schwind, A.E. Bell, and J.E. Brady, "Emission characteristics of gallium and bismuth liquid metal field ion sources," *Journal of vacuum science and technology*, vol. 16, pp. 1864-1868, 1979.
- [80] (2010, Aug.) site de la société FEI. [Online]. <http://www.fei.com/products/components/>
- [81] L.W. Swanson, "Liquid metal ion sources : mechanism and applications," *Nucl. Inst. Meth. in Phys. Res*, vol. 218, p. 347, 1983.
- [82] E. Pialat, "Le micro-usinage de dispositifs polymères à bande interdite photonique par faisceau d'ions," *Thèse de doctorat n°2004-23 de l'université de Limoges*, 2004.
- [83] E. Munro, *Image processing and computer-aided design in electron optics*, Academic press P.W. Hawkes, Ed. London, 1973.
- [84] J. Orloff, M. Utlaut, and L. Swanson, *High resolution focused ion beams*, Plenum Publishers, Ed. New York, 2003.

- [85] P Sigmund, "A mechanism of surface micro-roughening by ion bombardment," *Journal of material science*, vol. 8, pp. 1545-1553, 1973.
- [86] A. Leslie, "Characterization and applications of FIB/SIMS for microelectronic materials and devices," *5th european symposium on reliability of electron devices, failure physics and analysis*, p. 401, 1994.
- [87] C.A Volkert and A.M Minor, "Focused ion beam microscopy and micromachining," *MRS Bulletin*, vol. 32, no. 5, pp. 389-399, 2007.
- [88] B.I. Prenzler et al., "Transmission Electron Microscope Specimen Preparation of Zn Powders Using the Focused Ion Beam Lift-Out Technique," *Mettallurgical and materials transactions A*, vol. 29, p. 2399, 1998.
- [89] C. Lehrer, L. Frey, S. Petersen, and H. Ryssel, "Limitations of focused ion beam nanomachining," *Journal of vacuum science technology B*, vol. 19, no. 6, pp. 2533-2538, 2001.
- [90] L. Frey, C. Lehrer, and H. Ryssel, "Nanoscale effects in focused ion beam processing," *Applied physics A*, no. 76, pp. 1017-1023, 2003.
- [91] J. Orloff, L.W. Swanson, and M. Utlaut, "Fundamental limits to imaging resolution for focused ion beam," *Journal of vacuum science and technology B*, vol. 14, no. 6, pp. 3759-3763, 1996.
- [92] E. Chason and M.J. Aziz, "Spontaneous formation of patterns on sputtered surfaces," *Scripta materialia*, vol. 49, pp. 953-959, 2003.
- [93] J.F. Ziegler, J. Biersack, and M.D. Ziegler, *SRIM : The Stopping and range of Ions in Matter*, Ion implantation press, Ed., 2008.
- [94] J.F. Ziegler. (2011, June) site du logiciel SRIM. [Online]. <http://www.srim.org/>
- [95] S.T. Purcell, V. Thien Binh, and P. Thevenard, "Atomic-size metal ion sources: principles and use," *Nanotechnology*, vol. 12, no. 2, pp. 168-172, 2001.
- [96] J. Morgan, J. Notte, R. Hill, and B. Ward, "An Introduction to the Helium Ion Microscope," *Microscopy today*, vol. 14, no. 4, 2006.
- [97] D. Rio et al., "5 kV multielectron beam lithography : MAPPER tool and resist process characterization," *Journal of vacuum science and technology B*, vol. 28, no. 6, 2010.
- [98] S. Owa et al., "Immersion Lithography Ready for 45 nm Manufacturing and Beyond ," *Proc. of the advanced semiconductor manufacturing conference*, pp. 238-244, 2007.
- [99] D.J. Elliott and D.C. Ferranti, "Sub-micron lithography at 248nm and 193nm excimer laser wavelengths," *Microelectronic engineering*, vol. 9, no. 1-4, pp. 59-63, 1989.

- [100] J. Du, Z. Cui, X.C. Yuan, and Y. Guo, "Investigation of phase shift mask distorsion effect," *Microelectronic engineering*, vol. 61-62, pp. 265-270, 2002.
- [101] B.J. Lin, "The k_3 coefficient in nonparaxial λ/NA scaling equations for resolution, depth of focus, and immersion lithography," *Journal of micro/nanolithography, MEMS, and MOEMS*, vol. 1, no. 1, pp. 7-12, 2002.
- [102] B. Wu and A. Kumar, "Extreme ultraviolet lithography : a review," *Journal of vacuum science and technology B*, vol. 25, no. 6, pp. 1743-1761, 2007.
- [103] (2011, juin) site de la société Molecular Imprints. [Online].
<http://www.molecularimprints.com>
- [104] R. Ruiz et al., "Density multiplication and improved lithography by directed block copolymer assembly," *Science*, vol. 321, pp. 936-939, 2008.
- [105] R.A. Segalman, "Directing self-assembly toward perfection," *Science*, vol. 321, pp. 919-920, 2008.
- [106] H. Schmid and B. Michel, "Siloxane polymers for high resolution, high accuracy soft lithography," *Macromolecules*, vol. 33, no. 8, pp. 3042-3049, 2000.
- [107] S.Y. Chou, P.R. Krauss, and P.J. Renstrom, "Nanoimprint lithography," *Journal of vacuum science and technology B*, vol. 14, no. 6, pp. 4129-4133, 1996.
- [108] Y. Hirai et al., "Study of the resist deformation in nanoimprint lithography," *Journal of vacuum science and technology B*, vol. 19, no. 6, pp. 2811-2815, 2001.
- [109] Y. Hirai, S. Yoshida, and N. Takagi, "Defect analysis in thermal nanoimprint lithography," *Journal of vacuum science and technology B*, vol. 21, no. 6, pp. 2765-2769, 2003.
- [110] S. Merino, H. Schiff, A. Retolaza, and T. Haatainen, "The use of automatic demolding in nano-imprint lithography processes," *Microelectronic engineering*, vol. 84, no. 5-8, pp. 958-962, 2007.
- [111] S. Landis, N. Chaix, C. Gourgon, and T. Leveder, "Quantitative characterizations of a nanopatterned bonded wafer : force determination for nanoimprint lithography stamp removal," *Nanotechnology*, vol. 19, no. 12, 2008.
- [112] E.G. Shafrin and W.A. Zisman, "Constitutive relations in the wetting of low energy surfaces and the theory of the retraction method of preparing monolayers," *Journal of physical chemistry*, vol. 64, no. 5, pp. 519-524, 1960.
- [113] R.W. Jaszewski, H. Schiff, B. Schnyder, A. Schneuwly, and P. Groning, "The deposition of anti-adhesive ultra-thin teflon-like films and their interaction with polymers during hot

- embossing," *Applied surface science*, vol. 143, no. 1-4, pp. 301-308, 1999.
- [114] M. Bender, M. Otto, B. Hadam, B. Spangenberg, and H. Kurz, "Multiple imprinting in UV-based nanoimprint lithography: related material issues," *Microelectronic engineering*, vol. 61-62, pp. 407-413, 2002.
- [115] H. Schiff, L.J. Heyderman, M. Auf der Maur, and J. Gobrecht, "Pattern formation in hot embossing of thin polymer films ," *Nanotechnology*, vol. 12, no. 2, pp. 173-177, 2001.
- [116] N. Bogdanski, M. Wissen, A. Ziegler, and H.C. Scheer, "Temperature-reduced nanoimprint lithography for thin and uniform residual layers ," *Microelectronic engineering*, vol. 78-79, pp. 598-604, 2005.
- [117] P. Carlberg et al., "Lift-off process for nanoimprint lithography," *Microelectronic engineering*, vol. 67-68, pp. 203-207, 2003.
- [118] E. Forsen, D. Nilsson, W Daniau, B. Francois, and S. Ballandras, "Fabrication of SAW resonators on quartz and langasite using nano-imprint lithography," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 2091-2094, 2010.
- [119] R. Salut, H. Majjad, W. Daniau, and S Ballandras, "Direct writing of high frequency surface acoustic waves using focused ion beam etching," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 2285-2288, 2006.
- [120] T. Pastureaud, "Etude de nouvelles structures pour la conception et la fabrication de filtres à ondes acoustiques guidées haute fréquence," *Thèse de doctorat de l'université de Franche Comté*, 2002.
- [121] R. Salut et al., "Direct writing of high frequency surface acoustic wave devices on epitaxial Pb(Zr_{0.2}Ti_{0.8})O₃ thin layers using focused ion beam etching," *Ferroelectrics*, vol. 362, no. 1, pp. 105-114, 2008.
- [122] S. Ballandras, "Rapport n°2 : conception et mise en oeuvre de résonateurs à 5 GHz," Contrat DGA n°6369740680238016, 2008.
- [123] Y.V. Gulyaev, V.I. Grigorievski, and V.P. Plessky, "Comparative analysis of synchronous "hiccup" and nonsynchronous saw resonators on quartz ," *Proc. of the multiconference on electronics and photonics*, pp. 83-86, 2006.
- [124] J.C. Arnault et al., "Surface science contribution to the BEN control on Si(100) and 3C-SiC(100) : Towards ultrathin nanocrystalline diamonds films," *Chemical vapor deposition*, vol. 14, no. 7-8, pp. 187-195, 2008.
- [125] J.C. Arnault et al., "Diamond nanoseeding on silicon : Stability under H₂ MPCVD

- exposures and early stages of growth," *Diamond and related materials*, vol. 17, no. 7-10, pp. 1143-1149, 2008.
- [126] M. Link et al., "C-axis inclined ZnO films deposited by reactive sputtering using an additional blind for shear BAW devices," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 202-205, 2005.
- [127] R. Salut et al., "Fabrication of GHz range oscillators stabilized by nano-carbon-diamond-based surface acoustics resonators," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 927-930, 2009.
- [128] D.F. Thompson and B.A. Auld, "Surface transverse wave propagation under metal strip gratings," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, pp. 261-266, 1986.
- [129] R. Boudot et al., "A 4.596 GHz frequency synthesis based on a solid-mounted resonator," *Proc. of the frequency control and the european frequency and time forum (FCS), 2011 joint conference of the IEEE international*, pp. 1-3, 2011.
- [130] (2011) Site de la société AllResist. [Online].
http://www.allresist.de/wMedia/pdf/wEnglish/produkte_sonder/SXAR-PC5000_90-1.pdf
- [131] R. Salut et al., "Fabrication of a 3 GHz oscillator based on nano-carbon-diamond-film-based guided wave resonator," *Proc. of the 24th european frequency time forum*, 2010.
- [132] P. Selmeier et al., "Recent advances in SAW packaging," *Proc. of the IEEE ultrasonics symposium*, vol. 1, pp. 283-292, 2001.